## (19) 世界知的所有権機関 国際事務局



# 

(43) 国際公開日 2005 年10 月27 日 (27.10.2005)

**PCT** 

## (10) 国際公開番号 WO 2005/099945 A1

(51) 国際特許分類7: B23B 27/14, B23C 5/16, B23B 51/00

(21) 国際出願番号: PCT/JP2005/007180

(22) 国際出願日: 2005 年4 月13 日 (13.04.2005)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:

特願2004-118340 2004 年4 月13 日 (13.04.2004) JP 特願2004-118341 2004 年4 月13 日 (13.04.2004) JP 特願2004-118346 2004 年4 月13 日 (13.04.2004) JP 特願2004-118348 2004 年4 月13 日 (13.04.2004) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 住友電 エハードメタル株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC HARDMETAL CORP.) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 Hyogo (JP).

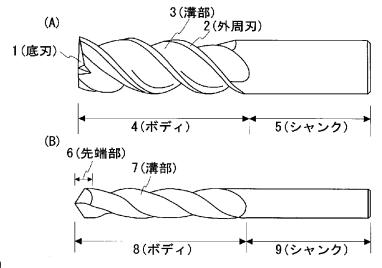
(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 岡田 吉生 (OKADA, Yoshio) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1番 1号 住友電エハードメタル株式会社内 Hyogo (JP). 大森 直也 (OMORI, Naoya) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1番 1号 住友電エハードメタル株式会社内 Hyogo (JP). 福井 治世(FUKUI, Haruyo) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1番 1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 沖田 淳也 (OKIDA, Junya) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1番 1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP).

/続葉有/

(54) Title: SURFACE-COATED CUTTING TOOL

(54) 発明の名称: 表面被覆切削工具



- 1... (END CUTTING EDGE)
- 2... (PERIPHERAL CUTTING EDGE)
- 3... (FLUTE)
- 4... (BODY)
- 5... (SHANK)
- 6... (LEADING END)
- 7... (FLUTE)
- 8... (BODY)
- g...(SHANK)

(57) Abstract: A surface-coated cutting tool, which has a coating layer composed of an outermost layer and an inner layer on the surface of a substrate, wherein the inner layer comprises a compound of a metal belonging to IVa, Va or VIa Group of the Periodic Table, Al, Si or B, and the outermost layer comprises aluminum nitride or aluminum carbonitride and further comprises chlorine in an amount of more than 0 % and not more than 0.5 atomic %. An aluminum nitride based film, having itself good thermal stability and lubricity, which further comprises a specific amount of chlorine, is prone to the formation of a protective coating on the surface of a tool having the film during cutting operation. The protective coating allows the enhancement of the lubricity of the surface. As a result, the above surface-coated cutting tool exhibits excellent lubricity even when it is used in dry working, mist working or the like, and thus has a prolonged life.

(57) 要約: ドライ加工、ミスト加工などといった使用環境下であっても、優れた潤滑性を有して使用寿命が長い表面被覆切削工具を提供する。本発明表面被覆切削工具は、基材表面に最外層と内層とからなる被覆層を具える。内層は、周期律表IVa、Va、VIa族金属、AI、Si、Bの化合物からなる。最外層は、第化アルミニウム又は炭窒化アルミニウム又は炭窒化アルミニウム下含なり、最外層中に塩素を0超0.5原子%以下含有する。熱的安定性と潤滑性とを有している窒化系アルミニウムからなる膜に更に特定量の塩素を含有することで、切削時、工具表面

に保護被膜を形成し易くなる。この保護被膜により、潤滑性を高めることができる。

- (74) 代理人: 山野 宏 (YAMANO, Hiroshi); 〒5320011 大阪 府大阪市淀川区西中島 6 丁目 1番 3 号 アストロ新 大阪第 2 ビル 1 0 階 啓明特許事務所 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### 添付公開書類:

#### 一 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

1

## 明細書

# 表面被覆切削工具

## 技術分野

[0001] 本発明は、基材表面に被覆層を具えるスローアウェイチップやドリルなどの切削工具に関するものである。特に、潤滑性に優れ、鋼材などの切削に好適な表面被覆切削工具に関するものである。

# 背景技術

- [0002] 切削工具として、旋削加工やフライス加工などに用いられるスローアウェイチップの他、一般に、各種金属材料の肩削り加工、面削り加工、溝削り加工に用いられるエンドミルや、穴あけ加工に用いられるドリルなどが知られている。これらエンドミルやドリルは、刃部を有するボディと呼ばれる部位と、駆動装置に装着されるシャンクと呼ばれる部位とを具える。ボディは、刃部と、刃部を支持すると共に切屑の流出を行う溝部が形成された支持部とが一体に形成された、いわゆるソリッドタイプのもの、支持部に刃部をロウ付けしたロウ付けタイプのもの、支持部に対して刃部が着脱自在なスローアウェイタイプのものがある。従来、ソリッドタイプでは、高速度工具鋼や超硬合金にて形成したボディが用いられており、ロウ付けタイプでは、超硬合金などの硬質材料にて形成した刃部を高速度工具鋼で形成した支持部にロウ付けしたボディが用いられている。
- [0003] 近年、切削加工の高能率化、高精度化の要求を満たすために、新しい切削工具材料が次々と開発されている。このような材料開発の流れの中で、工具基材の表面にセラミックスからなる被覆層を施すセラミックスコーティング技術は、切削工具に欠かせない技術となっている。例えば、高速、高送りといった高速高能率加工に利用される切削工具の被覆層の形成材料として、炭化チタン(TiC)、窒化チタン(TiN)、炭窒化チタン(Ti(C, N))といったチタン系セラミックスや、アルミナ(AlO)、ジルコニア(ZrO)などの酸化物系セラミックスが広く用いられている。特許文献1では、X線回折の配向性指数を規定した被覆層を具えるスローアウェイチップが開示されており、このチップを高速、高送りといった高速高能率加工に利用している。このようなセラミックスコーテ

ィング技術は、スローアウェイチップだけでなく、エンドミルやドリルで多用されている ソリッドタイプやロウ付けタイプの工具においても、一般的になってきている。

[0004] 上記セラミックスコーティングを具えることで切削工具は、その表面硬度や耐熱性などを向上し、高速、高送りといった高速高能率加工の要求に対応している。また、上記高速高能率加工に加え、最近は、地球環境保護のために切削油を極端に減らしたミスト加工法、或いは切削油を使用しないドライ加工法が注目されている。これらの加工法に対応するべく、耐溶着性に優れる被覆層や切粉すべり機能を有する被覆層を具えるスローアウェイチップ(特許文献2、3参照)や、潤滑性を具えるCrN膜を被覆したドリル(特許文献4参照)が提案されている。その他、放熱性などの特性を向上するべく、窒化アルミニウムからなる被覆層を具える切削工具が提案されている(特許文献5~12参照)。

[0005] 特許文献1:特開平11-124672号公報

特許文献2:特開平10-158861号公報

特許文献3:特開2003-225808号公報

特許文献4:特開2003-275911号公報

特許文献5:特公昭59-27382号公報

特許文献6:特許第2861113号公報

特許文献7:特開2002-273607号公報

特許文献8:特開2002-263933号公報

特許文献9:特開2002-263941号公報

特許文献10:特開2003-19604号公報

特許文献11:特開2003-25112号公報

特許文献12:特公昭59-27302号公報

発明の開示

## 発明が解決しようとする課題

[0006] しかしながら、上記従来の切削工具ではいずれも、特に、ミスト加工や切削油を用いないドライ加工において潤滑機能が不十分であるため、工具寿命が短くなっており、潤滑性を向上させて、工具寿命をより長くすることが望まれている。特に、エンドミル

やドリルでは、ボディに形成された溝部を通って切屑を流出させるため、切屑の流出性を高めるべく、潤滑性に優れることが重要である。また、高い流出性が望まれる深穴あけ加工や、溶着が起こり易い材料の加工などを行う際には、潤滑性に優れることが望まれる。

[0007] そこで、本発明の主目的は、潤滑性を改善して工具寿命がより長い表面被覆切削工具を提供することにある。

## 課題を解決するための手段

- [0008] 本発明は、切削時、被削材と最初に接触する最外層に潤滑性を付与するべく、最外層の組成を規定し、特定の元素を含有させると共に、耐摩耗性、耐欠損性の向上を図るべく、内層の組成を規定することで上記目的を達成する。
- [0009] 即ち、本発明は、基材表面に被覆層を具える表面被覆切削工具であって、前記被 覆層は、基材上に形成される内層と、この内層上に形成される最外層とからなり、最 外層及び内層は、以下を満たすものとする。

#### <内層>

周期律表IVa、Va、VIa族金属、AI、Si、Bから選ばれる1種以上の第一元素と、B、C、N、Oから選ばれる1種以上の第二元素とからなる化合物からなる(但し、第一元素がBのみの場合、第二元素は、B以外とする)

#### <最外層>

窒化アルミニウム又は炭窒化アルミニウムからなり、最外層中に塩素を0超0.5原子 %以下含有する

[0010] 本発明者らは、切削工具の使用環境が厳しい条件となる加工、例えば、旋削加工などに利用されるスローアウェイチップの場合、切削油を使用しないドライ加工や断続切削などといった刃先が高温になる加工、ドリルやエンドミルの場合、ミスト加工やドライ加工、深穴あけ加工や高溶着被削材の切削加工などといった条件であっても、工具寿命をより長くすることができるように、被覆層の特性を改善すると共に、被覆層の相互の関連性について鋭意検討した。その結果、潤滑性に優れる被覆膜を最外層とすると共に、特定組成の膜にて内層を構成することが工具寿命の延命に効果的であるとの知見を得た。具体的には、上記のように特定量の塩素を含む窒化系アルミ

ニウムからなる膜を最外層とすることで、ドライ加工や断続切削、深穴あけ加工などといった切削加工であっても、潤滑性を持たせることができ、結果的に耐溶着性を向上させて、被覆層の剥離を防止することができる。また、旋削加工などに利用されるスローアウェイチップの場合、1.潤滑性に優れることで、工具に加えられる切削抵抗を低下させると共に、特定組成の膜で内層を形成することで、耐欠損性及び耐摩耗性をも向上することができる、2.潤滑性に優れる膜を具えることで、切削加工後の被削材表面において工具が接触したことによる表面の「むしれ」が少なく、高品位で高精度な被削材製品を得ることができるとの知見も得た。更に、ドリルやエンドミルの場合、1.潤滑性に優れることで、工具に加えられる切削抵抗を低下させることができ、切屑の排出性、耐折損性を高めると共に、特定組成の膜で内層を構成することで、耐摩耗性、耐チッピング性、耐欠損性をも向上することができる、2.上記潤滑性に優れる被覆層を具えることで、製品の品位に関しても、例えば、穴真円度が向上するなど、高品位で高精度な被削材製品を得ることができるとの知見も得た。これらの知見に基づき、本発明を規定する。

[0011] 上記のように工具寿命を向上できた理由は、現段階において以下のように考えられる。窒化系アルミニウムからなる膜は、そもそも熱的安定性と潤滑性とを有している。また、このような窒化系アルミニウムからなる膜に特定量の塩素を含有させると、スローアウェイチップでは、ドライ加工や高速高送り加工などの刃先の温度が高温になり易い加工において、切削加工に伴い刃先が900℃程度の高温の状況下となった際、工具表面に保護被膜を形成し易くなる。この保護被膜により、潤滑性を高めることが可能となり、工具の耐溶着性を向上させることができたと考えられる。また、内層を特定組成からなる膜で形成することで、耐摩耗性を損なうことが少なく、潤滑性と耐摩耗性との双方に優れる工具とすることができたと考えられる。一方、ドリルやエンドミルでは、このような窒化系アルミニウムからなる膜に特定量の塩素を含有させることで、切削に関与する部位、具体的には刃部及び溝部の工具表面と切屑との間の摩擦係数が低下されると考えられる。その結果、切刃近傍において、切屑の生成に必要な仕事量が低下すると共に、切屑の排出性が良好となり、ドライ加工や深穴あけ加工、高溶着性被削材の加工などといった切削加工に対しても十分な寿命が得られ、かつ被

削材の品位、加工精度も向上できたと考えられる。また、最外層に特定量の塩素を含有させることで摩耗係数の低下を実現することに加えて、ドライ加工や深穴あけ加工などの刃先が高温、高圧になり易い加工において、工具表面に保護被膜を形成し易くなり、この保護被膜により、工具の潤滑性を高めることが可能となり、工具の耐溶着性を向上させることができたと考えられる。更に、特定組成からなる膜にて内層を形成することで、耐摩耗性を損なうことがなく、潤滑性と耐摩耗性との双方に優れる工具とすることができたと考えられる。以下、本発明をより詳しく説明する。

#### [0012] (被覆層)

#### <最外層>

本発明において、切削時、被削材に最初に接触する最外層は、窒化アルミニウム 又は炭窒化アルミニウムといったアルミニウム化合物からなるものとする。そして、本 発明では、この窒化系アルミニウムからなる膜に塩素を含有させる。具体的には、最 外層中に0超0.5原子%以下の塩素を含有させる。最外層に0.5原子%以下の塩素を 含有することで、高温での切削環境下において保護被膜を形成することができ、潤 滑性の向上を図ることができる。0.5原子%を超えて塩素を含むと、最外層を形成す る膜が容易に剥離してしまう。また、塩素を全く含有させないと、上記のように保護被 膜の形成がなされない。特に好ましい塩素含有量は、0.07原子%以上0.3原子%以 下である。最外層に0超0.5原子%以下の塩素を含ませる方法としては、上記窒化系 アルミニウムからなる膜の形成に熱CVD法、プラズマCVD法といった化学的蒸着法 (CVD法)を利用する場合、反応ガスに塩素含有ガス、例えば、塩化水素(HCI)を用い ることが挙げられる。このとき、塩化水素の含有量は、反応ガス全体を100容量%とし て、0超5.0容量%未満、特に、1.0容量%以下とすることが挙げられる。また、窒化系 アルミニウムからなる膜の形成にアーク式イオンプレーティング法、マグネトロンスパッ タ法といった物理的蒸着法(PVD法)を利用する場合、膜形成後、イオン注入法により 塩素イオンを注入することが挙げられる。このとき、注入量を適宜調整することで、最 外層中の塩素の含有量を調整するとよい。

[0013] 上記最外層は、更に酸素を含有していてもよい。即ち、最外層は、窒化アルミニウム、炭窒化アルミニウムだけでなく、窒酸化アルミニウム、炭窒酸化アルミニウムから

なる膜としてもよい。酸素を含有させることで、保護被膜をより形成し易くなる。

- [0014] このような最外層は、その膜厚を後述する内層の合計膜厚の1/2以下とすることが好ましい。このとき、被覆層は、保護被膜の形成機能といった潤滑機能と耐摩耗性とをバランスよく具えることができる。1/2超とすると、最外層が厚くなることで、被覆層全体では、潤滑性に優れるものの摩耗し易くなるため、工具寿命を短くする恐れがある。特に、最外層の膜厚は、本発明切削工具をスローアウェイチップとする場合、0.03 μ m以上10 μ m以下が好ましく、本発明切削工具をドリル又はエンドミルとする場合、0.03 μ m以上8 μ m以下が好ましい。0.03 μ m未満では、十分な潤滑機能が得られにくく、10 μ m超又は8 μ m超では、上記と同様に内層よりも最外層の方が厚くなって、耐摩耗性を低下させ易い。膜厚の測定は、例えば、被覆層を具えるチップやドリルなどの切削工具を切断し、その断面をSEM(走査型電子顕微鏡)を用いて観察して求めることが挙げられる。
- [0015] この最外層において、刃先稜線部分近傍で被削材と接触する箇所の面粗さは、切 削工具断面から観察する方法で測定を行った際、基準長さ5μmに対してRmaxが1.3 μ m以下であることが好ましい。本発明者らが調べたところ、最外層において上記接 触する箇所の表面粗さRmaxが1.3μm超となって粗くなると、被削材の溶着が発生し 易くなり、潤滑効果が発揮しにくくなることが判った。この面粗さは、最外層成膜後、 基材を切断してその断面をラッピングし、金属顕微鏡や電子顕微鏡などで膜表面の 凹凸状況を観察した際、基準長さ5μmの範囲における最大面粗さ(Rmax)とし、巨視 的なうねりなどは排除する。また、この面粗さは、成膜条件によってある程度制御する ことができる。例えば、成膜温度を高温にするほど、結晶組織が粗くなるため、延いて は膜表面の面粗度が粗くなる。そこで、面粗度を小さくするために成膜温度を低めに することが挙げられる。このように特に成膜後、特別な処理を施すことなく成膜完了状 態においてRmaxで1.3μm以下とすることができるが、成膜後に、例えば、バフ、ブラ シ、バレルや弾性砥石などによる研磨を施したり、マイクロブラスト、ショットピーニング 、イオンビーム照射による表面改質を行うことによって、面粗さを変化させることも可能 である。

[0016] <内層>

7

本発明において内層は、周期律表IVa、Va、VIa族金属、Al、Si、Bから選ばれる1種以上の第一元素と、B、C、N、Oから選ばれる1種以上の第二元素とからなる化合物からなるものとする(但し、第一元素がBのみの場合、第二元素は、B以外とする)。特に、TiCN、TiN、TiBN、TiCNOなどのTiを含む化合物からなる膜やAlOやZrOなどの酸化物からなる膜は、耐摩耗性に優れて好ましい。また、TiNは、基材との密着性が高いため、最内層とすることが好ましい。このような内層は、単一の膜でもよいし、複数の膜から構成してもよい。内層を複数の膜にて構成する場合、各膜の組成や組織を異ならせるとよい。また、内層は、熱CVD法、プラズマCVD法などのCVD法、アーク式イオンプレーティング法、マグネトロンスパッタ法などのPVD法のいずれで形成してもよい。公知の条件にて形成してもよい。

- [0017] 上述のように内層にTi化合物膜を具えることで、より優れた耐摩耗性を有する。特に、TiCNからなる膜が好適であり、そのなかでも柱状組織を有するTiCNからなる膜を具えることが好ましい。更に、アスペクト比3以上の柱状組織を有し、かつ結晶の(220)面、(311)面、(422)面の各配向性指数(配向性強度係数)TC(220)、TC(311)、TC(422)のいずれかが配向性指数の最大値をとるTiCNからなる膜がより好ましい。このように特定形状の組織を有し、結晶面が特定の結晶配向を有するTiCN膜を具えることで、刃先が高温となるような厳しい切削環境下においても、耐摩耗性の向上、引いては工具寿命の延命化を図ることが可能である。
- [0018] アスペクト比3以上の柱状組織とするのは、3未満であると、高温切削条件下での耐摩耗性が低下する傾向にあり、粒状組織では、目的とする耐摩耗性の向上が得られにくいからである。
- [0019] 柱状組織とするには、例えば、CVD法で膜を形成する場合、柱状構造が得られ易いCH CNなどの有機炭窒化物を原料ガスに用い、反応雰囲気温度(800℃以上950℃以下)及び圧力(4.0kPa以上80kPa以下)に制御することで得ることができる。また、有機炭窒化物以外のガス種を使用する場合などは、膜の成膜速度を上げる、膜の成膜温度を高くする、原料ガスの濃度を濃くするなどの方法が挙げられる。アスペクト比を3以上とするには、例えば、結晶の平均粒径を小さくする(好ましくは0.05μm以上1.5μm以下)と共に、柱状構造の膜組織を成長させることが挙げられる。その方法とし

て、当該TiCN膜の成膜条件(成膜温度、成膜圧力、ガス組成、ガスの流速、ガスの流 量など)を適宜変更させる方法が挙げられる。また、当該TiCN膜の直下又は下方にある基材の表面状態、又は当該TiCN膜の直下又は下層にある被覆膜の表面状態を適 宜変化させる方法も挙げられる。具体的には、例えば、基材の表面を表面粗さRmax( 基準長さ5 $\mu$ m)を0.05 $\mu$ m以上1.5 $\mu$ m以下に制御させた状態でこの基材上に、成膜 条件を適宜変更させて当該TiCN膜を成膜してもよい。或いは、ある膜の表面粗さや 粒子の化学的状態、粒子径(特に0.01 $\mu$ m以上1.0 $\mu$ m以下)などを制御させた状態で この膜の上に、成膜条件を適宜変更させて当該TiCN膜を成膜してもよい。

- [0020] 上記アスペクト比の測定は、例えば、以下のように求めるとよい。即ち、被覆層の断面を鏡面加工して、柱状構造を有するTiCNからなる膜の組織の粒界をエッチングする。そして、このTiCNからなる膜の膜厚の1/2にあたる箇所で、基材と水平方向にある各結晶の幅を粒径とし、各結晶の粒径を測定して平均値を求める(平均値は平均粒径となる)。膜厚を得られた平均粒径で割って、膜厚に対する平均粒径の割合を算出し、この算出値をアスペクト比とするとよい。
- [0021] この特定のアスペクト比を有するTiCN膜は、上述のように結晶面が特定の結晶配向を有する。このとき、配向性指数TCは、以下のように定義される。

[0022] [数1]

$$TC(hk1) = \frac{I(hk1)}{I_0(hk1)} \left( \frac{1}{8} \sum \frac{I(hk1)}{I_0(hk1)} \right)^{-1}$$

I(hk1): 測定された(hk1)面の回折強度

I<sub>0</sub>(hk1): JCPDSファイルによる(hk1)面を構成する

当該金属の炭化物と当該金属の窒化物の粉末回折強度の平均値 (hkl):(111)、(200)、(220)、(311)、(331)、(420)、(422)、(511)の8面

[0023] 配向性指数(配向性強度係数)TC(220)、TC(311)、TC(422)のいずれかが最大値となるには、当該TiCN膜の成膜条件(成膜温度、成膜圧力、ガス組成、ガスの流速、ガスの流量など)を適宜変更させる方法が挙げられる。また、当該TiCN膜の直下又は下方にある基材の表面状態、又は当該TiCN膜の直下又は下層にある膜の表面状態を適宜変化させる方法も挙げられる。具体的には、例えば、基材の表面を表面粗さ

Rmax(基準長さ5 µ m)を0.05 µ m以上1.5 µ m以下に制御させた状態でこの基材上に、成膜条件を適宜変更させて当該TiCN膜を成膜してもよい。或いは、ある膜の表面粗さや粒子の化学的状態、粒子径などを制御させた状態でこの膜の上に、成膜条件を適宜変更させて当該TiCN膜を成膜してもよい。

- [0024] 回折強度は、基材の断面において、基材の凹凸により反射などが生じないように基材がフラットな部分(平滑な部分)で測定することが好ましい。なお、周期律表IVa、Va、VIa族金属の炭窒化物において、X線の回折強度の同定は、JCPDSファイル (Powder Diffraction File Published by JCPDS International Center for Diffraction Data)に記載がない。そのため、当該炭窒化物であるTiCNからなる膜の回折強度の同定は、当該金属であるチタン(Ti)の炭化物の回折データ、同窒化物の回折データ、及び実測したTiCNの炭窒化物の回折データを比較して、それぞれの面指数を推定し、その面指数の回折強度を測定することで得るとよい。
- [0025] 内層を複数の膜にて形成する場合、少なくとも一つの膜を上記アスペクト比などを特定したTiCN膜とし、その他の膜を上記第一元素と第二元素とからなる化合物膜としてもよい。即ち、内層は、当該TiCN膜と、上記化合物膜とにて構成してもよい。このとき、化合物膜は、当該TiCN膜と組成が異なる膜としてもよいし、当該TiCN膜と組織又は配向性を異ならせたTiCN膜としてもよい。また、当該TiCN膜は、単一の膜でもよいし、複数具えていてもよい。化合物膜と当該TiCN膜とは、いずれを基材側にしてもよい。即ち、基材側から順に、当該TiCN膜、化合物膜、最外層としてもよいし、基材側から順に、化合物膜、当該TiCN膜、最外層としてもよい。
- [0026] 本発明切削工具をスローアウェイチップとする場合、上記最外層及び内層からなる被覆層全体の膜厚は、 $0.1\,\mu$  m以上 $30.0\,\mu$  m以下とすることが好ましい。被覆層全体の膜厚が $0.1\,\mu$  m未満の場合、耐摩耗性の向上効果が得られにくい。 $30.0\,\mu$  m超の場合、被覆層が厚くなることで耐摩耗性の向上は実現できるが、高硬度となるために欠損が生じ易く、欠けによる寿命が多発して安定した加工が困難になり易い。また、本発明切削工具をドリル又はエンドミルとする場合、上記最外層及び内層からなる被覆層全体の膜厚は、 $0.1\,\mu$  m以上 $24\,\mu$  m以下とすることが好ましい。被覆層全体の膜厚が $0.1\,\mu$  m未満の場合、耐摩耗性が損なわれ易い。 $24\,\mu$  m超の場合、被覆層が厚くな

WO 2005/099945

ることで耐摩耗性の向上は実現できるが、耐剥離性や耐欠損性が損なわれ、チッピングが多発して安定した加工が困難になり易い。

- [0027] 上記最外層は、内層を構成する少なくとも一つの膜よりも、膜硬度が低いことが好ましい。即ち、内層には、最外層よりも膜硬度が高い膜を具えることが好ましい。最外層の膜硬度が低いことで、切削初期に工具が被削材に食いつく際に生じる欠損や、断続切削による欠損などを防止することができ、安定した加工が可能となる。膜硬度は、膜組成により変化させるほか、成膜条件によって膜の組織構造を変化させることにより変化させることができる。膜組成が同じ場合、膜の組織構造が微粒であるほど、膜硬度が高くなる傾向にある。各膜の硬度の測定は、被覆層を具えるチップやドリルなどの切削工具を切断し、その断面において行うとよい。
- [0028] 上記被覆層は、少なくとも基材表面の切削に関与する部位に被覆する。基材表面全体に被覆してもよい。例えば、スローアウェイチップの場合、切削に関与する部位とは、刃先稜線部、すくい面、逃げ面が挙げられる。エンドミルやドリルの場合、切削に関与する部位とは、刃部と支持部とからなる通常ボディと呼ばれる部分が挙げられる。図1(A)は、エンドミルの概略を示す正面図、(B)はドリルの概略を示す正面図である。具体的には、エンドミルの場合、切削に関与する部位とは、図1(A)に示すように実際の切削にかかわる端面(底刃1)及び側面(外周刃2)といった刃部、切屑が接触する溝部3が挙げられる。ボディだけでなく、端面から溝部が形成されるボディ4から、駆動装置に装着されるシャンク5と呼ばれる部分に亘り被覆層を設けてもよい。ドリルの場合、切削に関与する部位として、実際の切削にかかわる先端部6の表面、切屑が接触する溝部(フルート部)7が挙げられる。ドリルの場合も、ボディ8だけでなく、先端部及び溝部が形成されているボディ8から、駆動装置に装着されるシャンク9に亘り被覆層を設けてもよい。被覆層を設けない部分は、膜形成時に、適宜マスキングしたり、一旦膜を形成した後、研磨などにより膜を取り除くとよい。
- [0029] なお、基材表面に上記最外層及び内層からなる被覆層を成膜後、従来と同様に切 刃稜線部に研磨処理やレーザ処理などの表面処理を施してももちろんよい。本発明 切削工具は、このような表面処理によって被覆層の特性を著しく損なうことはない。
- [0030] (基材)

WO 2005/099945

本発明において基材は、特に、基材のうち少なくとも切削に関与する部位は、WC 基超硬合金、サーメット、高速度鋼、セラミックス、立方晶型窒化硼素焼結体、及び窒 化ケイ素焼結体のいずれかから構成されるものを利用することが好ましい。特に、本 発明切削工具をドリル又はエンドミルとする場合、基材のうち少なくとも切削に関与す る部位は、WC基超硬合金、サーメット、高速度鋼、及び立方晶型窒化硼素焼結体の いずれかから構成されるものを利用することが好ましい。WC基超硬合金、サーメット からなる基材を利用する場合、WC以外の硬質相が消失したいわゆる脱β相、硬質 相が消失して結合相に富むバインダー富化層、結合相を低減させた表面硬化層とい った表面改質層が基材表面又は基材のうち切削に関与する部位の表面に存在して も本発明の効果は認められる。

- [0031] 本発明は、ドリル、エンドミル、フライス加工用刃先交換型チップ、旋削用刃先交換型チップ、メタルソー、歯切工具、リーマ、タップといった種々の切削工具が選択できる。特に、本発明は、スローアウェイチップ、ドリル、エンドミルのいずれかとして好適に利用することができる。このとき、ドリル及びエンドミルは、刃部を支持体に着脱可能なスローアウェイタイプ(刃先交換タイプ)ではなく、刃部と支持部とが一体に焼結又は形成されたタイプ、いわゆるソリッドタイプ、或いは支持部に刃部をロウ付けするロウ付けタイプのエンドミル、ドリルとする。ロウ付けタイプの場合、上記被覆層は、比較的成膜温度が低いPVD法にて形成することが好ましい。一方、ソリッドタイプの場合、上記被覆層の形成は、PVD法でもよいし、比較的成膜温度が高いCVD法でもよい。発明の効果
- [0032] 以上説明したように本発明表面被覆切削工具によれば、特定の被覆層を具えることで、潤滑性に優れると共に、耐摩耗性、耐剥離性、耐欠損性、耐折損性にも優れる。従って、ドライ加工や深穴あけ加工、高溶着性被削材の加工、その他高速・高能率加工のように刃先が高温状態にさらされる加工などといった切削条件の厳しい使用環境下であっても、優れた切削性能を有し、工具寿命をより延命化することができる。
- [0033] 特に、本発明表面被覆切削工具において、内層に特定のTiCN膜を具えることで、 潤滑性と耐摩耗性の双方に優れ、上述のような厳しい使用環境下であっても、優れ た切削性能を有し、工具寿命をより延命化することができる。

発明を実施するための最良の形態

[0034] 以下、本発明の実施の形態を説明する。 実施例 1

[0035] 以下、旋削加工用のスローアウェイチップを例にとって具体的に説明する。 (試験例1-1)

組成がWC:86質量%、Co:8.0質量%、TiC:2.0質量%、NbC:2.0質量%、ZrC:2.0質量%である材料粉末を配合し、ボールミルで72時間湿式混合して乾燥した後、ブレーカ形状が施された圧紛体にプレス成型した。この圧粉体を焼結炉にて、真空雰囲気中で1420℃、1時間の条件で焼結を行い、焼結体を得た。得られた焼結体の刃先稜線部にSiCブラシホーニング処理を施して面取り加工を行い、ISO・SNMG120408のWC基超硬合金からなるスローアウェイチップの基材を得た。

[0036] この基材表面に化学的蒸着法である熱CVD法を用いて被覆層を形成した。本試験 では、基材側から順に、内層として、TiN(0.5)、TiCN(6)、TiBN(0.5)、 $\kappa$  -Al O (2)を形 成し、最外層としてAIN(3)を形成した(括弧内の数値は膜厚である(単位  $\mu$  m))。 表1に 各膜の成膜条件の一例を示す。具体的には反応ガスの組成(容量%)、成膜時の圧 力(kPa)、成膜温度(℃)を示す。膜厚は、成膜時間により調整した。そして、最外層を 形成するAIN膜は、表1に示すように成膜条件を変化させることで、塩素含有量が異 なる試料を作製した。表2に最外層の塩素含有量を示す。具体的には、最外層中に0 超0.5原子%以下の塩素を含有するもの、同0.5原子%超の塩素を含有するもの、同 塩素を含有しないものを作製した。塩素の含有量は、表1に示すように反応ガスのう ち塩化水素(HCI)の比率を変化させることで変化させた。また、塩化水素の量により、 適宜成膜時の圧力、成膜温度を変化させた。更に、最外層中に0超0.5原子%以下 の塩素を含有する試料において、最外層の刃先稜線部分近傍で被削材と接触する 箇所の面粗さを調べたところ、いずれも工具断面から観察する方法によって測定され る基準長さ5 $\mu$  mに対してRmaxが1.3 $\mu$  m以下であった。具体的には、例えば、試料 1-2では0.6 μ mであった。塩素の含有量は、XPS(X-ray Photoelectron Spectroscopy)にて測定したが、組成の確認は、透過電子顕微鏡に併設の微小領域 EDX(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)分析や、SIMS(Secondary Ion Mass

Spectrometry)によってもできる。また、試料ごとに各膜のヌープ硬度を調べたところ 、最外層であるAIN膜はいずれも、内層のTiCN膜よりも硬度が低いことを確認した。

# [0037] [表1]

被覆層	反応ガス組成 (容量%)	圧力 (kPa)	温度(℃)
A1N **1	A1Cl <sub>3</sub> :1.0~5.0%、NH <sub>3</sub> :0.1~5.0%、 N <sub>2</sub> :20~50%、HCl:0.01~1.0%、H <sub>2</sub> :残	4.0~80	750~980
A1CN *1	$A1C1_3$ : 1. 0~5. 0%、 $NH_3$ : 0. 1~5. 0%、 $N_2$ : 20~50%、 $CH_4$ : 0. 5~5. 0%、 $HC1$ : 0. 01~1. 0%、 $H_2$ : 残	4.0~80	750~980
A10N *1	$A1C1_3$ :1.0~5.0%、 $NH_3$ :0.1~5.0%、 $N_2$ :20~50%、 $C0_2$ :0.2~3.0%、 $HC1$ :0.01~1.0%、 $H_2$ :残	4.0~80	750 <b>~</b> 980
A1N **2	A1C1 <sub>3</sub> :1.5%、NH <sub>3</sub> :1.0%、N <sub>2</sub> :40%、H <sub>2</sub> :残	5. 0	1000
A1N **3	A1Cl <sub>3</sub> :1.5%、NH <sub>3</sub> :3.0%、N <sub>2</sub> :40%、 HCl:5.0%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	950
A10N **2	A1Cl <sub>3</sub> :1.5%、NH <sub>3</sub> :6.0%、N <sub>2</sub> :40%、 CO <sub>2</sub> :1.0%、H <sub>2</sub> :残	6.8	1100
TiN	TiCl <sub>4</sub> :2.0%、N <sub>2</sub> :25%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	950
TiC	TiC1 <sub>4</sub> :2.0%、CN <sub>4</sub> :5%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	1050
TiCN	TiCl <sub>4</sub> :2.0%、CH <sub>3</sub> CN:0.6%、N <sub>2</sub> :20%、H <sub>2</sub> :残	6.7~80	800~950
ZrCN	ZrCl <sub>4</sub> :1.0%、CH <sub>3</sub> CN:0.6%、N <sub>2</sub> :35%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	890
TiZrCN	TiCl <sub>4</sub> :1.5%、ZrCl <sub>4</sub> :1.0%、CH <sub>3</sub> CN:1.0%、 N <sub>2</sub> :45%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	975
TiCNO	TiCl <sub>4</sub> :2.0%、CO <sub>2</sub> :2.5%、N <sub>2</sub> :8%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	975
TiBN	TiCl <sub>4</sub> :2.0%、BCl <sub>3</sub> :5.0%、N <sub>2</sub> :5.0%、H <sub>2</sub> :残	13.3	950
HfCN	HfCl <sub>4</sub> :1.0%、CH <sub>3</sub> CN:1.2%、N <sub>2</sub> :40%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1025
$\alpha$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A1C1 <sub>3</sub> :2.0%、H <sub>2</sub> S:0.3%、CO <sub>2</sub> :5.0%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1050
$\kappa$ A1 <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A1C1 <sub>3</sub> :2.0%、CO <sub>2</sub> :5.0%、CO:0.5%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1000
$Zr0_2$	ZrCl <sub>4</sub> :2.0%、CO <sub>2</sub> :7.0%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1050
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -ZrO <sub>2</sub>	A1C1 <sub>3</sub> :1.5%、ZrC1 <sub>4</sub> :0.3%、C0 <sub>2</sub> :9.0%、 H <sub>2</sub> : 残	13.3	1070

※1:塩素含有量が0超0.5原子%以下のもの※2:塩素を含まないもの※3:塩素含有量が0.5原子%超のもの

# [0038] [表2]

-	試料 No.	最外層	塩素含有量 原子%
	1-1	AlN *1	0.02
	1-2	A1N <sup>¾1</sup>	0. 15
	1-3	AlN <sup>*1</sup>	0.49
	1-4	AlN <sup>₩2</sup>	0
	1-5	AlN <sup>፠3</sup>	0.90

[0039] 表2に示す最外層を有する表面被覆スローアウェイチップを用いて、表3に示す切削条件にて切削加工を行い、工具寿命となるまでの加工時間を測定した。耐剥離性試験では、繰り返し切削加工を行い、膜剥離に起因した逃げ面摩耗量が0.3mm以上となった時点を工具寿命とした。耐欠損性試験では、断続切削加工とし、欠損が生じたときを工具寿命とした。試験の結果を表4に示す。

## [0040] [表3]

	耐剥離性試験	耐欠損性試験
被削材	S15C 丸棒	S45C 溝付き
19文月17/17 	3 秒繰返し試験	丸棒
速度	V=300m/min	V = 260 m/min
送り	f=0.3mm/rev.	f = 0.2 mm/rev.
切込み	d=1.0mm	d=1.5mm
切削油	なし	なし

## [0041] [表4]

試料	加工時	間 min
No.	耐剥離性試験	耐欠損性試験
1-1	40	23
1-2	63	30
1-3	52	21
1-4	10	7
1-5	9	4

[0042] その結果、表4に示すように最外層として、0超0.5原子%以下の塩素を含む窒化アルミニウム膜を具える試料1-1~1-3は、ドライ加工や断続加工といった刃先が高温となる環境であっても、優れた潤滑性を発揮して、耐溶着性を向上することで耐剥離性に優れると共に、切削抵抗を下げることで耐欠損性にも優れることがわかる。また、これらの試料1-1~1-3は、摩耗量も少なく、耐摩耗性にも優れていた。これらのことから、試料1-1~1-3は、加工時間が長く、工具寿命の延命化を実現していることがわかる。

## [0043] (試験例1-2)

試験例1-1で用いた超硬合金基材と同様のものを用意し、得られた基材表面に熱C VD法を用いて表1に示す成膜条件(ガス組成、圧力、温度)で被覆層を形成した。表5

15

に被覆層の組成、膜厚、被覆層全体の膜厚(全膜厚)を示す。なお、表5において、基 材に近い方から順に、第一膜、第二膜…としている。

[0044] [表5]

WO 2005/099945

																								_
加工時間	min	20	31	35	27	37	28	21	25	30	32	23	25	4	9	9	8	11	7	13	വ	သ	11	10
全膜厚	mη	7.0	8.0	16.0	12.1	27.5	14.5	10.5	6.85	15.2	28	6.0	11.2	5.0	10.1	7.0	0.09	4.52	35.0	16.0	6.3	5.0	4.0	14.0
膜	膜厚			5.0	3.0					0.7			0.7		2.0				10.0					
第六膜	膜種			Alcn *1	AIN <sup>‰1</sup>					Alcn *1			AICN *1		TiN				AICN *1			•		
1ml/	膜厚			3.0	0.3		1.7			0.7		-	1.5		0.1				7.0					
第五膜	膜種			$\kappa Al_20_3$	TiN		A10N **1			TiN			$\kappa$ Al <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>		TiCN				$Al_2O_3$ -Zr $O_2$					
	膜厚			1.0	1.5	2.0	2.5	2.5	0.05	6.5		0.5	0.5		2.0	1.5			3.5	8.0				
第四膜	膜種			TiCNO	$\kappa$ Al $_20_3$	AIN *1	$A1_20_3 - Zr0_2$	Alcn *1	AIN *1	TicN		AIN <sup>%1</sup>	TiBN		$ZrO_2$	TiN			$\alpha$ Al <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	A1CN *1				
	膜厚		0.5	1.5	0.5	5.0	2.3	4.3	5.0	2.3	9.0	0.5	6.0		0.5	3.0		0.02	11.0	2.0	1.3			
第三膜	膜種		AIN <sup>‰1</sup>	TiC	TiBN	$A1_{2}O_{3}-ZrO_{2}$	$ZrO_2$	HECN	$\alpha$ Al <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	TiCNO	AICN <sup>‰1</sup>	AICN *1	Ticn		TiCNO	$\alpha$ Al <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>		AIN <sup>%1</sup>	TiCNO	Zr0 <sub>2</sub>	A10N <sup>**2</sup>			
膜	膜厚	2.0	7.0	4.5			5.0	0.5	1.3	1.5	14.0	4.5	2.0	1.0	5.0	2.0	0.02	4.0	3.0	2.0	4.0		1.0	4.0
無二	膜種	AIN *1	ZrCN	TiCN	TiCN	TiCN	TiZrON	TiN	TiBN	$\alpha$ Al <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	TiZrCN	TiCN	TiCNO	TiN	Ticn	A10N **1	AlN *1	ZrON	TiCN	TiBN	ZrCN		Alcn *1	Alcn *1
膜	膜厚	5.0	0.5	1.0	0.3	0.5	3.0	3.2	0.5	3.5	5.0	0.5	0.5	4.0	0.5	0.5	0.07	0.5	0.5	4.0	1.0	2.0	3.0	10.0
無	膜種 膜	TiCN	TiN	TiN	TiN	TiN	TiCN	TiCN	TiN	HECN	TiN	TiN	TiN	HECN	TiN	TiN	ZrCN	TiN	TiN	Tian	TiN	AIN *1	TiN	TiZrCN
就	N.	2-1	2-2	2-3	2-4	2-2	<del>5-6</del>	2-2	<del>2-8</del>	5-6	2-10	2-11	2-12	2-13	2-14	2-15	2-16	2-17	2-18	2-19	2-20	2-21	2-22	2-23

WO 2005/099945

- [0045] 表5に示す被覆層を有する表面被覆スローアウェイチップを用いて、以下に示す切削条件にて繰り返し切削加工を行い、工具寿命となるまでの加工時間を測定した。 工具寿命は、逃げ面摩耗量が0.3mm以上となったときとした。試験の結果も表5に示す。
- [0046] 被削材:SCM435 丸棒による15秒繰り返し耐摩耗性試験

速 度:V=180m/min

送  $\theta: f=0.2 \text{mm/rev}$ .

切込み:d=1.5mm

切削油:なし

- [0047] その結果、表5に示すように特定量の塩素を含有する窒化系アルミニウム膜を最外層とし、特定組成の膜を内層に具える試料2-1~2-12、2-16~2-19、2-22、2-23は、その他の試料と比較して、潤滑性に優れると共に、優れた耐摩耗性を有することがわかる。
- [0048] また、表5に示す結果から、最外層は、 $0.03\,\mu$  m以上、全体膜厚は $0.1\,\mu$  m以上 $30\,\mu$  m以下が好ましいことがわかる。更に、最外層は、内層の合計厚みの1/2以下が好ましいことがわかる。
- [0049] 上記試料2-1~2-23の全てのチップを切断し、最外層において、刃先稜線部近傍で被削材と接触する箇所の面粗さを基準長さ5μmで測定した結果、試料2-23を除くすべてのチップがRmaxで1.3μm以下となっていたが、試料2-23はRmaxで1.7μmであった。そこで、試料2-23の最外層において刃先稜線部近傍で被削材と接触する箇所を#1500のダイヤモンドペーストで研磨して、同様の方法で研磨後の面粗さを測定したところ、Rmaxで0.52μmとなっていた。この研磨したチップを用いて同じ切削条件で切削試験を行った結果、工具寿命は22minとなった。これは、刃先稜線部近傍において被削材と接触する箇所の凹凸が減り、切削抵抗が下がったためであると考えられる。また、試料2-3において同様に面粗さを測定したところ、Rmaxで0.76μmであったが、上記と同様の方法で刃先を研磨し、再度切削すると工具寿命は45minとなり、大幅に改善された。
- [0050] 更に、試料2-22は、最外層の膜硬度が内層の膜硬度よりも高くなるように被覆層を

形成した。そして、上記試料2-1~2-20,2-22,2-23において、被覆層を構成する各膜の硬度を測定したところ、試料2-22を除く全てのチップで最外層の膜硬度が内層の少なくとも1膜よりも低くかったが、試料2-22は、最外層の膜硬度が内層の膜硬度よりも高かった。このため、試料2-22は、試料2-1~2-12と比較して切削性能が低下したと考えられる。

## [0051] (試験例1-2')

上記試料2-1~2-23と同様の表面被覆チップを作製し、以下の切削条件で切削試験を行い、所定切削長(500m)におけるクレータ摩耗量(面積:mm²)を測定した。

被削材:S50C

速 度:V=250m/min

送  $\theta$ :f=0.3mm/rev.

切込み:d=1.5mm

切削油:なし

その結果、試料 $2-1\sim2-12$ 、 $2-16\sim2-19$ 、2-22、2-23は、その他の試料と比較してクレータ摩耗量が少なかった。例えば、試料2-4,2-5,2-6はそれぞれ、0.45mm $^2$ 、0.39mm $^2$ 、0.44mm $^2$ であった。

## [0052] (試験例1-3)

基材を下記に代えて、表5の試料2-2、2-13と同様の組成の被覆層を公知のPVD法にて形成し、表面被覆チップを作製した。試料2-2と同様の組成の被覆層を具えるチップにおいては、被覆層を形成した後、イオン注入法を用いて塩素を最外層に含有させた表面被覆チップを作製した。これら表面被覆チップを用いて、試験例1-2と同様の切削条件で切削試験を実施した。試料2-2の被覆層を形成した試料はいずれも最外層の塩素の含有量を0.2原子%とした。

- 1 JIS規格:P20サーメット製の切削チップ(住友電工ハードメタル(株)製 T1200A)
- 2 セラミック製の切削チップ(住友電工ハードメタル(株)製 W80)
- 3 窒化珪素製の切削チップ(住友電エハードメタル(株)製 NS260)
- 4 立方晶型窒化硼素切削チップ(住友電エハードメタル(株)製 BN250) その結果、試料2-2の組成の被覆層を具えるチップはいずれも、試料2-13の組成

の被覆層を具える従来のチップよりも2倍以上の工具寿命を有することが確認できた

## [0053] (試験例1-4)

組成がWC:86質量%、Co:8.0質量%、TiC:2.0質量%、NbC:2.0質量%、ZrC:2.0質量%である材料粉末を配合し、ボールミルで72時間湿式混合して乾燥した後、ブレーカ形状が施された圧紛体にプレス成型した。この圧粉体を焼結炉にて、真空雰囲気中で1420℃、1時間の条件で焼結を行い、焼結体を得た。得られた焼結体の刃先稜線部にSiCブラシホーニング処理を施して面取り加工を行い、ISO・SNMG120408のWC基超硬合金からなるスローアウェイチップの基材を得た。

[0054]この基材表面に化学的蒸着法である熱CVD法を用いて被覆層を形成した。本試験 では、基材側から順に、内層として、TiN(0.5)、柱状組織TiCN(6)、TiBN(0.5)、 $\kappa$   $-Al_{o}$  $O_{\mathfrak{g}}$ (2)を形成し、最外層としてAIN(3)を形成した(括弧内の数値は膜厚である(単位  $\mu$ m))。表6に各膜の成膜条件の一例を示す。具体的には反応ガスの組成(容量%)、成 膜時の圧力(kPa)、成膜温度(℃)を示す。膜厚は、成膜時間により調整した。また、本 試験においてTiCN膜は、アスペクト比が4.2の柱状組織を有し、配向性指数TCのう ち(311)面が最大値となるように成膜させた。具体的には、反応ガスにCH<sub>3</sub>CNを用い、 温度:900℃、圧力:8kPaとすると共に、TiCN膜の下層に形成したTiN膜の表面粗さ  $Rmax(基準長さ5 \mu m)$ が $0.1 \mu m$ 程度となるようにTiN膜の成膜条件(ガス組成、圧力、 温度)を定めた。そして、最外層を形成するAIN膜は、表6に示すように成膜条件を変 化させることで、塩素含有量が異なる試料を作製した。表7に最外層の塩素含有量を 示す。具体的には、最外層中に0超0.5原子%以下の塩素を含有するもの、同0.5原 子%超の塩素を含有するもの、同塩素を含有しないものを作製した。塩素の含有量 は、表6に示すように反応ガスのうち塩化水素(HCl)の比率を変化させることで変化さ せた。また、塩化水素の量により、適宜成膜時の圧力、成膜温度を変化させた。更に 、最外層中に0超0.5原子%以下の塩素を含有する試料において、最外層の刃先稜 線部分近傍で被削材と接触する箇所の面粗さを調べたところ、いずれも工具断面か ら観察する方法によって測定される基準長さ $5\mu$  mに対してRmaxが $1.3\mu$  m以下であ った。具体的には、例えば、試料3-2では0.6μmであった。塩素の含有量は、

XPS(X-ray Photoelectron Spectroscopy)にて測定したが、組成の確認は、透過電子顕微鏡に併設の微小領域EDX(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)分析や、SIMS(Secondary Ion Mass Spectrometry)によってもできる。

# [0055] [表6]

被覆層	反応ガス組成 (容量%)	圧力 (kPa)	温度(℃)
AlN *1	A1Cl <sub>3</sub> :1.0~5.0%、NH <sub>3</sub> :0.1~5.0%、N <sub>2</sub> :20~50%、HCl:0.01~1.0%、H <sub>2</sub> :残	4.0~80	750~980
A1CN *1	$A1C1_3$ :1.0~5.0%、 $NH_3$ :0.1~5.0%、 $N_2$ :20~50%、 $CH_4$ :0.5~5.0%、 $HC1$ :0.01~1.0%、 $H_2$ :残	4.0~80	750~980
A10N *1	$A1C1_3$ :1.0~5.0%、 $NH_3$ :0.1~5.0%、 $N_2$ :20~50%、 $C0_2$ :0.2~3.0%、 $HC1$ :0.01~1.0%、 $H_2$ :残	4.0~80	750 <b>~</b> 980
A1N **2	A1C1 <sub>3</sub> :1.5%、NH <sub>3</sub> :1.0%、N <sub>2</sub> :40%、H <sub>2</sub> :残	5. 0	1000
A1N **3	A1C1 <sub>3</sub> :1.5%、NH <sub>3</sub> :3.0%、N <sub>2</sub> :40%、HC1:5.0%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	950
A10N **2	A1C1 <sub>3</sub> :1.5%、NH <sub>3</sub> :6.0%、N <sub>2</sub> :40%、CO <sub>2</sub> :1.0%、H <sub>2</sub> :残	6.8	1100
TiN	TiCl <sub>4</sub> :2.0%、N <sub>2</sub> :25%、H <sub>2</sub> :残	13.3	950
TiC	TiCl <sub>4</sub> :2.0%、CN <sub>4</sub> :5%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	1050
粒状組織 TiCN	TiCl <sub>4</sub> :4.0%、CH <sub>4</sub> :4.0%、N <sub>2</sub> :20%、H <sub>2</sub> :残	14	1020
<sup>柱状組織</sup> TiCN	TiCl <sub>4</sub> :3.0%、CH <sub>3</sub> CN:0.6%、N <sub>2</sub> :20%、H <sub>2</sub> :残	4.0~80	800~950
ZrCN	ZrCl <sub>4</sub> :1.0%、CH <sub>3</sub> CN:0.6%、N <sub>2</sub> :35%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	890
TiZrCN	TiCl <sub>4</sub> :1.5%、ZrCl <sub>4</sub> :1.0%、CH <sub>3</sub> CN:1.0%、 N <sub>2</sub> :45%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	975
TiCNO	TiCl <sub>4</sub> :2.0%、CO <sub>2</sub> :2.5%、N <sub>2</sub> :8%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	975
TiBN	TiCl <sub>4</sub> :2.0%、BCl <sub>3</sub> :5.0%、N <sub>2</sub> :5.0%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	950
HfCN	HfC1 <sub>4</sub> :1.0%、CH <sub>3</sub> CN:1.2%、N <sub>2</sub> :40%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1025
$\alpha$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A1C1 <sub>3</sub> :2.0%、H <sub>2</sub> S:0.3%、CO <sub>2</sub> :5.0%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1050
$\kappa$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A1C1 <sub>3</sub> :2.0%、CO <sub>2</sub> :5.0%、CO:0.5%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1000
$Zr0_2$	ZrCl <sub>4</sub> :2.0%、CO <sub>2</sub> :7.0%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1050
	A1C1 <sub>3</sub> :1.5%、ZrC1 <sub>4</sub> :0.3%、C0 <sub>2</sub> :9.0%、H <sub>2</sub> :残 	13. 3	1070

※1:塩素含有量が0超0.5原子%以下のもの

※2:塩素を含まないもの

※3:塩素含有量が 0.5 原子%超のもの

## [0056] [表7]

試料 No.	最外層	塩素含有量 原子%
3-1	AlN <sup>*1</sup>	0.02
3-2	AlN <sup>*1</sup>	0. 15
3-3	A1N *1	0.49
3-4	A1N <sup>※2</sup>	0
3-5	AlN <sup>*3</sup>	0. 90

[0057] 表7に示す最外層を有する表面被覆スローアウェイチップを用いて、表8に示す切削条件にて連続切削加工を行い、工具寿命となるまでの加工時間を測定した。耐剥離性試験では、繰り返し切削加工を行い、膜剥離に起因した逃げ面摩耗量が0.3mm以上となった時点を工具寿命とした。耐摩耗性試験では、逃げ面摩耗量が0.3mm以上となったときを工具寿命とした。試験の結果を表9に示す。

#### 「0058] 「表8]

	耐剥離性試験	耐摩耗性試験
被削材	S15C 丸棒 3秒繰返し試験	S45C 丸棒
速度	V = 300 m/min	V=260m/min
送り	f = 0.3 mm/rev.	f=0.2mm/rev.
切込み	d=1.0mm	d=1.5mm
切削油	なし	なし

#### [0059] 「表9]

試料	加工時	引 min
No.	耐剥離性試験	耐摩耗性試験
3-1	42	24
3-2	60	31
3-3	51	21
3-4	12	6
3-5	10	5

[0060] その結果、表9に示すように最外層として、0超0.5原子%以下の塩素を含む窒化アルミニウム膜を具える試料3-1~3-3は、ドライ加工であっても、優れた潤滑性を発揮して、耐溶着性を向上すると共に、切削抵抗を下げることで耐剥離性に優れることがわかる。また、内層として特定のTiCN膜を具えることで、これらの試料3-1~3-3は、耐摩耗性にも優れることがわかる。更に、これらの試料3-1~3-3は、チッピングなども生じておらず、耐チッピング性、耐欠損性にも優れていた。これらのことから、試料3-1~3-3は、加工時間が長く、工具寿命の延命化を実現していることがわかる。

#### [0061] (試験例1-5)

試験例1-4で用いた超硬合金基材と同様のものを用意し、得られた基材表面に熱 CVD法を用いて表6に示す成膜条件(ガス組成、圧力、温度)で被覆層を形成した。 本試験では、基材側から順に、TiN(0.5)、柱状組織TiCN(4)又は粒状組織TiCN(4)、TiBN(0.5)、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>(2)とし、最外層としてAlN<sup>\*1</sup>(3)(表7において試料3-3)を形成した(括弧内の数値は膜厚である(単位μm))。膜厚は、成膜時間により調整した。また、本試験において柱状組織TiCN膜は、表6に示すように成膜時の圧力と成膜温度とを変化させると共に、TiCN膜の下層に形成したTiN膜の表面粗さやガス条件を変化させることで、アスペクト比、配向性指数の最大値をとる面を変化させた。具体的には、反応ガスにCH CNを用い、例えば、ガス温度920℃、圧力6kPaとし、反応ガスであるCH CNを徐々に導入することで、TiCN膜のアスペクト比を3以上とした。また、例えば、TiCN膜の配向性指数の最大値TC(422)とするには、基材の表面粗さRmax(基準長さ5μm)を0.09μmに制御すると共に、この基材の外側(基材から離れる側)にアスペクト比の制御を行いながらTiCN膜を成膜することで得られた。更に、最外層の刃先稜線部分近傍で被削材と接触する箇所の面粗さが工具断面から観察する方法によって測定される基準長さ5μmに対してRmaxで0.4μmとなるように、全ての試料において、最外層を形成後、最外層の表面に研磨処理を施した。表10にTiCN膜の組織形態、アスペクト比、配向性指数TCが最大値を示す面を示す。

#### 「0062] 「表10]

試料	内	層 TiCN 膜		加工時間 min
No.	組織形態	アスペ゚クト比	TC の 最大値面	耐摩耗試験
4-1	柱状組織	5. 2	311	21
4-2	柱状組織	6. 6	422	25
4-3	柱状組織	3. 1	220	19
4-4	柱状組織	2. 3	220	4
4-5	柱状組織	3. 5	420	5
4-6	粒状組織	_	311	1

- [0063] 表10に示すTiCN膜を内層に有する表面被覆スローアウェイチップを用いて、以下に示す切削条件にて連続切削加工を行い、工具寿命となるまでの加工時間を測定した。工具寿命は、逃げ面摩耗量が0.3mm以上となったときとした。試験の結果も表10に示す。
- [0064] 被削材:SUS材 丸棒による耐摩耗性試験

23

速 度:V=200m/min

送 9:f=0.2mm/rev.

切込み:d=1.5mm

切削油:なし

[0065] その結果、表10に示すように内層としてTiCN膜を具える場合、柱状組織を有するものは、耐摩耗性により優れることがわかる。特に、内層にアスペクト比3以上、配向性指数TC(311)、TC(220)、TC(422)のいずれかが最大値をとる柱状組織のTiCN膜を具える試料4-1~4-3は、ドライ加工であっても、更に耐摩耗性に優れており、工具寿命が長くなっていることがわかる。このように工具寿命が長くなったのは、潤滑性に優れる最外層と内層として特に耐摩耗性に優れる特定のTiCN膜とを具えているためであると考えられる。

# [0066] (試験例1-6)

試験例1-4で用いた超硬合金基材と同様のものを用意し、得られた基材表面に熱CVD法を用いて表6に示す成膜条件(ガス組成、圧力、温度)で被覆層を形成した。本試験において、柱状組織TiCN膜は、アスペクト比が3以上、配向性指数TC(311)、TC(220)、TC(422)のいずれかが最大値をとるように成膜条件を制御した。表11に被覆層の組成、膜厚、被覆層全体の膜厚(全膜厚)を示す。なお、表11において、基材に近い方から順に、第一膜、第二膜…としている。

[0067] [表11]

第一膜		第二膜		第三膜	柵	第四膜	-ta∔	第五膜	±mt∕	第六膜	模	全膜厚	加工時間
膜種	膜厚	膜種	膜厚	膜種	膜厚	膜種	膜厚	膜種	膜厚	膜種	膜厚	μm	min
<sup>柱状組織</sup> TiCN	5.0	AIN *1	2.0						:			7.0	21
<sup>柱状組織</sup> TiCN	0.5	ZrCN	7.0	Aln *1	0.5							8.0	31
TiN	1.0	<sup>柱状組織</sup> TiCN	4.5	TiC	1.5	TicNo	1.0	κ A1 <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	3.0	Alon *1	5.0	16.0	37
TiN	0.3	<sup>柱状組織</sup> TiCN	6.5	TiBN	0.5	κ A1 <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	1.5	TiN	0.3	AIN *1	3.0	12.1	27
TiN	0.5	柱状組織 TiCN	20.0	A1203-ZrO2	5.0	All *1	2.0					27.5	35
<sup>柱状組織</sup> TiCN	3.0	TiZrCN	5.0	$Zr0_2$	2.3	A1203-ZrO2	2.5	A10N **1	1.7			14.5	56
柱状組織 TiCN	3.2	TiN	0.5	HECN	4.3	A1CN *1	2.5					10.5	23
<sup>柱状組織</sup> TiCN	0.5	TiBN	1.3	$\alpha$ Al <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	5.0	AIN *1	0.05					6.85	26
HECN	3.5	$\alpha \text{ Al}_2 0_3$	1.5	TiCNO	2.3	<sup>柱状組織</sup> TiCN	6.5	TiN	0.7	AldN *1	0.7	15.2	32
<sup>在状組織</sup> TiCN	5.0	TiZrCN	14.0	A1CN **1	9.0							28	32
TiN	0.5	柱状組織 TiCN	4.5	A1CN *1	0.5	AIN *1	0.5					6.0	25
TiN	0.5	TicNO	2.0	柱状組織 TiCN	6.0	TiBN	0.5	K A1203	1.5	AlCN *1	0.7	11.2	23
<sup>柱状組織</sup> TiGN	2.0	HECN	2.0	TiN	1.0							5.0	9
TiN	0.5	柱状組織 TiCN	5.0	TiCNO	0.5	$ZrO_2$	2.0	<sup>柱状組織</sup> TiCN	0.1	TiN	2.0	10.1	2
<sup>柱状組織</sup> TiCN	0.5	Alon *1	2.0	$\alpha$ A1,03	3.0	TiN	1.5					7.0	5
柱状組織 LiCN	0.07	AIN <sup>‰1</sup>	0.02									0.09	8
<sup>在状組織</sup> TiON	0.5	ZrON	4.0	All *1	0.02							4.52	11
TiN	0.5	柱状組織 TiCN	3.0	TicNo	11.0	$\alpha \text{ AI}_20_3$	3.5	$A1_{2}0_{3}$ -Zr $0_{2}$	0.7	AICN **1	10.0	35.0	8
<sup>柱状組織</sup> TiON	4.0	TiBN	2.0	$Zr0_2$	2.0	AICN *1	8.0					16.0	14
TiN	0.2	<sup>柱状組織</sup> TiCN	8.0	ZrON	4.0	A10N *2	1.3	•				6.3	7
柱状組織 TiCN	10.0	AICN *1	4.0									14.0	10

25

[0068] 表11に示す被覆層を有する表面被覆スローアウェイチップを用いて、以下に示す 切削条件にて連続切削加工を行い、工具寿命となるまでの加工時間を測定した。工 具寿命は、逃げ面摩耗量が0.3mm以上となったときとした。試験の結果も表11に示す

[0069] 被削材:SCM435 丸棒による15秒繰返し耐摩耗性試験

速 度:V=180m/min

送  $\theta: f=0.2 \text{mm/rev}$ .

切込み:d=1.5mm

切削油:なし

- [0070] その結果、表11に示すように特定量の塩素を含有する窒化系アルミニウム膜を最外層とし、アスペクト比3以上、配向性指数TC(311)、TC(220)、TC(422)のいずれかが最大値をとる柱状組織のTiCN膜を内層に具える試料5-1~5-12、5-16~5-19、5-21は、他の試料に比較して、潤滑性に優れると共に、優れた耐摩耗性を有することがわかる。
- [0071] また、表11に示す結果から、最外層は、 $0.03\,\mu$  m以上、全体膜厚は $0.1\,\mu$  m以上 $30\,\mu$  m以下が好ましいことがわかる。更に、最外層は、内層の合計厚みの1/2以下が好ましいことがわかる。
- [0072] 上記試料5-1~5-21の全てのチップを切断し、最外層において、刃先稜線部近傍で被削材と接触する箇所の面粗さを基準長さ5μmで測定した結果、試料5-21を除くすべてのチップがRmaxで1.3μm以下となっていたが、試料5-21はRmaxで1.7μmであった。そこで、試料5-21の最外層において刃先稜線部近傍で被削材と接触する箇所を#1500のダイヤモンドペーストで研磨して、同様の方法で研磨後の面粗さを測定したところ、Rmaxで0.52μmとなっていた。この研磨したチップを用いて同じ切削条件で切削試験を行った結果、工具寿命は24minとなった。これは、刃先稜線部近傍において被削材と接触する箇所の凹凸が減り、切削抵抗が下がったためであると考えられる。また、試料5-3において同様に面粗さを測定したところ、Rmaxで0.76μmであったが、上記と同様の方法で刃先を研磨し、再度切削すると工具寿命は48minとなり、大幅に改善された。

#### [0073] (試験例1-6')

上記試料5-1~5-21と同様の表面被覆チップを作製し、以下の切削条件で切削試験を行い、所定切削長(500m)におけるクレータ摩耗量(面積:mm²)を測定した。

被削材:S50C

速 度:V=250m/min

送 9:f=0.3mm/rev.

切込み:d=1.5mm

切削油:なし

その結果、試料 $5-1\sim5-12$ 、 $5-16\sim5-19$ 、5-21は、その他の試料と比較してクレータ摩耗量が少なかった。例えば、試料5-4,5-5,5-6はそれぞれ、0.3mm $^2$ 、0.29mm $^2$ であった。

## [0074] (試験例1-7)

基材を下記に代えて、表11の試料5-2と同様の組成の被覆層を公知のPVD法にて 形成した後、イオン注入法を用いて塩素を最外層に含有させた表面被覆チップを作 製し、試験例1-6と同様の切削条件で切削試験を実施した。いずれも最外層の塩素 の含有量は、0.18原子%とした。

- 1 JIS規格:P20サーメット製の切削チップ(住友電工ハードメタル(株)製 T1200A)
- 2 セラミック製の切削チップ(住友電工ハードメタル(株)製 W80)
- 3 窒化珪素製の切削チップ(住友電エハードメタル(株)製 NS260)
- 4 立方晶型窒化硼素切削チップ(住友電エハードメタル(株)製 BN250) その結果、いずれの被覆チップも潤滑性に優れると共に、耐摩耗性に優れることが 確認できた。このことから、上記超硬合金基材を用いた場合と同様に工具寿命の向 上を実現できることがわかる。

#### 実施例 2

[0075] 以下、エンドミルを例にとって具体的に説明する。

(試験例2-1)

JIS Z20種相当の超硬合金製 φ 10mm; 2枚刃スクエア型エンドミル基材(ソリッドタイプエンドミル)を準備し、この基材のうち、切削に関与する部位(ボディ)の表面に化学

27

的蒸着法である熱CVD法を用いて被覆層を形成した。本試験では、基材側から順に 、内層として、TiN(0.5)、TiCN(4)、TiBN(0.5)、κ -Al<sub>g</sub>O<sub>g</sub>(1)を形成し、最外層として AIN(1.5)を形成した(括弧内の数値は膜厚である(単位 μ m))。 表12に各膜の成膜条 件の一例を示す。具体的には反応ガスの組成(容量%)、成膜時の圧力(kPa)、成膜 温度(℃)を示す。膜厚は、成膜時間により調整した。そして、最外層を形成するAIN 膜は、表12に示すように成膜条件を変化させることで、塩素含有量が異なる試料を作 製した。表13に最外層の塩素含有量を示す。具体的には、最外層中に0超0.5原子 %以下の塩素を含有するもの、同0.5原子%超の塩素を含有するもの、同塩素を含 有しないものを作製した。塩素の含有量は、表12に示すように反応ガスのうち塩化水 素(HCI)の比率を変化させることで変化させた。また、塩化水素の量により、適宜成膜 時の圧力、成膜温度を変化させた。更に、最外層中に0超0.5原子%以下の塩素を 含有する試料において、最外層の刃先稜線部分近傍で被削材と接触する箇所の面 **粗さを調べたところ、いずれも工具断面から観察する方法によって測定される基準長** さ $5\mu$  mに対してRmaxが $1.3\mu$  m以下であった。具体的には、例えば、試料6-2では0.6μmであった。塩素の含有量は、XPS(X-ray Photoelectron Spectroscopy)にて測定 したが、組成の確認は、透過電子顕微鏡に併設の微小領域EDX(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)分析や、SIMS(Secondary Ion Mass Spectrometry)によって もできる。また、試料ごとに各膜のヌープ硬度を調べたところ、最外層であるAIN膜は いずれも、内層のTiCN膜よりも低いことを確認した。

[0076] [表12]

被覆層 AlN **1 AlC1 <sub>3</sub> :1.0~	反応ガス組成 (容量%)	圧力 (1-P-)	温度
1101 1 00		(1-D-)	
A1C1 <sub>3</sub> :1.0~		(kPa)	(℃)
1 1 1 1 3	5. 0%, $NH_3:0.1\sim5.0\%$ , $N_2:20\sim50\%$ ,	4.0~80	750~980
HC1:0.01~	2	4.0 -00	150 -560
A1CN *1 A1Cl <sub>3</sub> :1.0~	5.0%, $NH_3$ :0.1 $\sim$ 5.0%, $N_2$ :20 $\sim$ 50%,	4.0~80	750~980
$CH_4:0.5\sim5.$	0%、HC1:0.01~1.0%、H <sub>2</sub> :残	4.0 -00	150 -960
A10N *1 A1Cl <sub>3</sub> :1.0~	5.0%, $NH_3:0.1\sim5.0\%$ , $N_2:20\sim50\%$ ,	4.0~.00	750 - 090
	0%、HC1:0.01~1.0%、H <sub>2</sub> :残	4.0~80	750~980
	NH <sub>3</sub> :1.0%、N <sub>2</sub> :40%、H <sub>2</sub> :残	5. 0	1000
	NH <sub>3</sub> :3.0%、N <sub>2</sub> :40%、HC1:5.0%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	950
A10N *2 A1Cl <sub>3</sub> :1.5%	NH <sub>3</sub> :6.0%、N <sub>2</sub> :40%、CO <sub>2</sub> :1.0%、H <sub>2</sub> :残	6.8	1100
TiN TiC1 <sub>4</sub> :2.0%	N <sub>2</sub> :25%、H <sub>2</sub> :残	13.3	950
TiC TiC1 <sub>4</sub> :2.0%	CN <sub>4</sub> :5%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	1050
TiCN TiC1 <sub>4</sub> : 2.0%,	CH <sub>3</sub> CN: 0. 6%、N <sub>2</sub> : 20%、H <sub>2</sub> : 残	6.7~80	800~950
ZrCN ZrC1 <sub>4</sub> :1.0%	CH <sub>3</sub> CN: 0. 6%、N <sub>2</sub> : 35%、H <sub>2</sub> : 残	6. 7	890
TiZrCN TiCl <sub>4</sub> :1.5%	ZrCl <sub>4</sub> : 1. 0%, CH <sub>3</sub> CN: 1. 0%, N <sub>2</sub> : 45%,	C 7	075
H <sub>2</sub> :残		6. 7	975
TiCNO TiCl <sub>4</sub> : 2.0%	CO <sub>2</sub> : 2. 5%、N <sub>2</sub> : 8%、H <sub>2</sub> : 残	6. 7	975
TiBN TiC1 <sub>4</sub> :2.0%	BCl <sub>3</sub> :5.0%、N <sub>2</sub> :5.0%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	950
HfCN HfCl <sub>4</sub> :1.0%	CH <sub>3</sub> CN:1.2%、N <sub>2</sub> :40%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1025
$\alpha$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> AlCl <sub>3</sub> : 2.0%	H <sub>2</sub> S:0.3%、CO <sub>2</sub> :5.0%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1050
$\kappa \text{ Al}_2\text{O}_3 \text{ AlCl}_3$ : 2.0%	CO <sub>2</sub> :5.0%、CO:0.5%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1000
	CO <sub>2</sub> : 7. 0%、H <sub>2</sub> : 残	6. 7	1050
	ZrCl <sub>4</sub> :0.3%、CO <sub>2</sub> :9.0%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	1070

※1: 塩素含有量が0超0.5原子%以下のもの

※2:塩素を含まないもの ※3:塩素含有量が 0.5 原子%超のもの

## [0077] [表13]

試料 No.	最外層	塩素含有量 原子%
6-1	AlN *1	0.03
6-2	A1N *1	0. 18
6-3	AlN <sup>*1</sup>	0. 48
6-4	AlN <sup>*2</sup>	0
6-5	A1N **3	0. 98

[0078]表13に示す最外層を有する表面被覆エンドミルを用いて、表14に示す切削条件に て切削性能を調べてみた。切削条件1では、一定加工長(150m)での摩耗量を測定し た。本試験では、外周刃における逃げ面摩耗量(µm)を測定した。切削条件2では、 一定の穴加工(ø10mm)を行い、穴加工時に加わったトルク値を測定すると共に、穴 加工後に一定の溝加工(50mm)に移行した際の状況を調べてみた。試験の結果を表 15に示す。

#### [0079] [表14]

切削条件1	切削条件 2								
側面加工	10mm 穴加工後、50mm 溝加工								
被削材: S50C	被削材: SKD11								
速 度:V=300m/min	速 度:V=80m/min								
1刃当たり送り:ft=0.1mm	送 り:穴加工 0.07mm/rev.,								
軸方向切込み:Ad=8mm									
半径方向切込み: Rd=0.5mm	(1 刃当たり)								
切削油:なし	切削油:なし								
加工距離:150m									

## [0080] [表15]

試料	切削条件1	切削条件 2							
No.	逃げ面摩耗量	最大トルク値							
110.	(外周刃 μm)	(N • cm)							
6-1	55	610							
6-2	31	410							
6-3	42	550							
6-4	92	1050							
0 4	34	(溝加工にて折損)							
6-5	115	1120							
0 0	(チッピング発生)	(溝加工にて折損)							

[0081] その結果、表15に示すように最外層として、0超0.5原子%以下の塩素を含む窒化アルミニウム膜を具え、特定組成の膜を内層に具える試料6-1~6-3は、摩耗量が少なく、ドライ加工であっても、優れた潤滑性を発揮して、切削抵抗を下げることで耐欠損性を向上していることがわかる。また、これらの試料6-1~6-3は、潤滑性に優れた被覆層を具えることで、切屑の流出性が良好であり、その結果トルク値の上昇が抑えられて耐折損性が向上され、問題なく加工することができた。これに対し、試料6-4、6-5では、トルク値が増大し、溝加工に移る際、折損が生じた。更に、これらの試料6-1~6-3は、耐溶着性にも優れ、被覆層の剥離などが生じなった。これらのことから、試料6-1~6-3は、工具寿命の延命化を実現できることがわかる。

## [0082] (試験例2-2)

試験例2-1で用いた超硬合金製エンドミル基材と同様のものを用意し、切削に関与する部位の表面に熱CVD法を用いて表12に示す成膜条件(ガス組成、圧力、温度)で被覆層を形成した。表16に被覆層の組成、膜厚、被覆層全体の膜厚(全膜厚)を示

30

す。なお、表16において、基材に近い方から順に、第一膜、第二膜…としている。 [0083] [表16] WO 2005/099945

逃げ面解が重	平作里ル田	62	35	33	53	31	44	09	25	41	35	29	72	135	180	128	87	32	88	92	210	165	88	93
全膜厚	mη	4.0	8.0	16.0	12.1	21.5	14.5	10.5	6.85	15.2	23	6.0	11.2	5.0	10.1	7.0	0.09	4.52	29.0	15.0	6.3	5.0	4.0	14.0
第六膜	膜厚			5.0	3.0					0.7			0.7		2.0				8.0					
	膜種			Alcn *1	A1N *1					Alcn *1			Alcn *1		TiN				Alcn *1					
	膜厚			3.0	0.3		1.7			0.7			1.5		0.1				5.0					
第五膜	膜種	-		κ A1 <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	TiN		A10N *1			TiN			$\kappa$ A1 <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>		TicN				$A1_{2}0_{3}-Zr0_{2}$					
	膜厚			1.0	1.5	2.0	2.5	2.5	0.05	6.5		0.5	0.5		2.0	1.5			3.5	7.0				
第四膜	膜種			TicNo	κ A1 <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	AIN <sup>%1</sup>	A1,03-Zr02	Alcn *1	AlN <sup>‰1</sup>	TicN		AIN *1	TiBN		$Zr0_2$	TiN			$\alpha$ A1 <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	Alcn *1				
	膜厚		0.5	1.5	0.5	5.0	2.3	4.3	5.0	2.3	7.0	0.5	0.9		0.5	3.0		0.02	9.0	2.0	1.3			
第二膜	膜種		A1N <sup>%1</sup>	Tic	TiBN	$A1_2O_3-ZrO_2$	$Zr0_2$	HFCN	$\alpha A1_20_3$	TicNo	Alcn **1	Alcn *1	Ticn		TicNo	α A1,0 <sub>3</sub>		A1N <sup>‰1</sup>	TiCNO	Zr0,	A10N **2			
	膜厚	1.0	7.0	4.5	6.5	14.0	5.0	0.5	1.3	1.5	14.0	4.5	2.0	1.0	5.0	2.0	0.02	4.0	3.0	2.0	4.0		1.0	4.0
第二膜	膜種	AIN *1	ZrCN	Ticn	Ticn	TicN	TiZrCN	TiN	TiBN	$\alpha \text{ A1}_20_3$	TiZrCN	Ticn	TiCNO	TiN	Ticn	A10N *1	AIN *1	ZrCN	Ticn	TiBN	ZrCN		A1CN <sup>‰1</sup>	A1CN*1
第一膜	膜厚	3.0	0.5	1.0	0.3	0.5	3.0	3.2	0.5	3.5	2.0	0.5	0.5	4.0	0.5	0.5	0.07	0.5	0.5	4.0	1.0	5.0	3.0	10.0
	膜種	TicN	TiN	TiN	TiN	TiN	TicN	TiCN	TiN	HECN	TiN	TiN	TiN	HECN	TiN	TiN	ZrCN	TiN	TiN	Ticn	TiN	AIN *1	TiN	TiZrCN
報	№	7-1	7-2	7-3	7-4	22	9-2	2-2	2-8	7-9	7-10	7-11	7-12	7-13	7-14	7-15	7-16	7-17	7-18	7-19	7-20	7-21	7-22	7-23

[0084] 表16に示す被覆層を有する表面被覆エンドミルを用いて、以下に示す切削条件にて側面加工を行い、一定加工長(100m)での摩耗量を測定した。本試験では、外周刃における逃げ面摩耗量(μm)を測定した。試験の結果も表16に示す。

[0085] エンドミル 側面加工

被削材:SUS304

速 度:V=130m/min

1刃当たり送り:ft=0.03mm

軸方向切込み:Ad=8mm

半径方向切込み:Rd=0.16mm

切削油:なし

加工距離:100m

- [0086] その結果、表16に示すように特定量の塩素を含有する窒化系アルミニウム膜を最外層とし、特定組成の膜からなる内層を具える試料7-1~7-12、7-16~7-19、7-22、7-23は、他の試料に比べて、潤滑性に優れると共に、優れた耐摩耗性を有することがわかる。
- [0087] また、表16に示す結果から、最外層は、 $0.03\,\mu$  m以上、全体膜厚は $0.1\,\mu$  m以上24  $\mu$  m以下が好ましいことがわかる。更に、最外層は、内層の合計厚みの1/2以下が好ましいことがわかる。
- [0088] 上記試料7-1~7-23の全てのエンドミルを切断し、最外層において、外周刃の刃先稜線部近傍で被削材と接触する箇所の面粗さを基準長さ5μmで測定した結果、試料7-22を除くすべてのエンドミルがRmaxで1.3μm以下となっていたが、試料7-22はRmaxで1.7μmであった。そこで、試料7-22の最外層において外周刃の刃先稜線部近傍で被削材と接触する箇所を#1500のダイヤモンドペーストで研磨して、同様の方法で研磨後の面粗さを測定したところ、Rmaxで0.52μmとなっていた。この研磨したエンドミルを用いて同じ切削条件で側面加工を行った結果、逃げ面摩耗量は65μmとなった。これは、刃先稜線部近傍において被削材と接触する箇所の凹凸が減り、切削抵抗が下がったためであると考えられる。また、試料7-1において同様に面粗さを測定したところ、Rmaxで0.9μmであったが、上記と同様の方法で刃先を研磨し、再

度切削すると逃げ面摩耗量は35 μ mとなり、大幅に改善された。

[0089] 更に、試料7-23は、最外層の膜硬度が内層の膜硬度よりも高くなるように被覆層を 形成した。そして、上記試料7-1~7-20,7-22,7-23において、被覆層を構成する各膜 の硬度を測定したところ、試料7-23を除く全てのエンドミルで最外層の膜硬度が内層 の少なくとも1膜よりも低くかったが、試料7-23は、最外層の膜硬度が内層の膜硬度よ りも高かった。このため、試料7-23は、切削性能が低下したと考えられる。

## [0090] (試験例2-2')

上記試料7-1~7-23と同様の表面被覆エンドミルを作製し、以下の切削条件で切削試験を行い、所定切削長(50m)におけるクレータ摩耗量(幅)を測定した。測定対象は、外周刃におけるクレータ摩耗の幅とした。エンドミルは、工具形状が3次元形状であるため、上記幅は、斜め方向から測定した。具体的には、一定角度から観察してクレータ摩耗幅を測定した。そして、評価は、この測定値をもとに試料間の相対比較にて行った。

被削材:S50C

速 度:V=100m/min

送 り:f=0.05mm/t

切込み:Ad=10mm Rd=0.6mm

切削油:なし(エアブロー)

その結果、試料7-1~7-12、7-16~7-19、7-22、7-23は、その他の試料と比較して クレータ摩耗量が少なかった。例えば、試料7-14の摩耗幅を1とすると、試料7-3,7-6 はそれぞれ、0.44、0.52であった。

## [0091] (試験例2-3)

基材を下記に変えて、表16の試料7-2、7-13と同様の組成の被覆層を公知のPVD 法にて形成し、表面被覆エンドミルを作製した。試料7-2と同様の組成の被覆層を具 えるエンドミルにおいては、被覆層を形成した後、イオン注入法を用いて塩素を最外 層に含有させた表面被覆エンドミルを作製し、試験例2-2と同様の切削条件で側面 加工を実施した。いずれも被覆層は、切削に関与する部位に形成した。また、試料 7-2の被覆層を形成した試料にはいずれも、最外層の塩素の含有量を0.2原子%とし た。

- 1 JIS Z20種相当の超硬合金製のロウ付けエンドミル基材(刃部が超硬合金製)
- 2 JIS規格:P20サーメット製 φ 10mm; 2枚 刃スクエア型エンドミル基材
- 3 立方晶型窒化硼素製(住友電工ハードメタル(株)製 BN300)のロウ付けボールミル 基材(刃部が立方晶型窒化硼素製)

その結果、試料7-2の被覆層を形成した表面被覆エンドミルはいずれも、潤滑性に優れると共に、耐摩耗性に優れ、従来品である試料7-13の被覆層を具えるエンドミルと比較して、2倍以上の工具寿命が得られたことが確認できた。

## [0092] (試験例2-4)

JIS Z20種相当の超硬合金製 φ 10mm; 2枚刃スクエア型エンドミル基材(ソリッドタイ プエンドミル)を準備し、この基材のうち、切削に関与する部位(ボディ)の表面に化学 的蒸着法である熱CVD法を用いて被覆層を形成した。本試験では、基材側から順に 、内層として、TiN(0.5)、柱状組織TiCN(4)、TiBN(0.5)、κ-Al<sub>2</sub>O<sub>2</sub>(1)を形成し、最外層 としてAIN(1.5)を形成した(括弧内の数値は膜厚である(単位 μ m))。 表17に各膜の成 膜条件の一例を示す。具体的には反応ガスの組成(容量%)、成膜時の圧力(kPa)、 成膜温度(℃)を示す。膜厚は、成膜時間により調整した。また、本試験においてTiCN 膜は、アスペクト比が4.1の柱状組織を有し、配向性指数TCのうち(311)面が最大値と なるように成膜させた。具体的には、反応ガスにCH<sub>3</sub>CNを用い、温度:900℃、圧力: 8kPaとすると共に、TiCN膜の下層に形成したTiN膜の表面粗さRmax(基準長さ5 μ m) が0.1 μ m程度となるようにTiN膜の成膜条件(ガス組成、圧力、温度)を定めた。そして 、最外層を形成するAIN膜は、表17に示すように成膜条件を変化させることで、塩素 含有量が異なる試料を作製した。表18に最外層の塩素含有量を示す。具体的には、 最外層中に0超0.5原子%以下の塩素を含有するもの、同0.5原子%超の塩素を含有 するもの、同塩素を含有しないものを作製した。塩素の含有量は、表17に示すように 反応ガスのうち塩化水素(HCl)の比率を変化させることで変化させた。また、塩化水素 の量により、適宜成膜時の圧力、成膜温度を変化させた。更に、最外層中に0超0.5 原子%以下の塩素を含有する試料において、最外層の刃先稜線部分近傍で被削材 と接触する箇所の面粗さを調べたところ、いずれも工具断面から観察する方法によっ

て測定される基準長さ5  $\mu$  mに対してRmaxが1.3  $\mu$  m以下であった。具体的には、例えば、試料8-2では0.6  $\mu$  mであった。塩素の含有量は、XPS(X-ray Photoelectron Spectroscopy)にて測定したが、組成の確認は、透過電子顕微鏡に併設の微小領域 EDX(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)分析や、SIMS(Secondary Ion Mass Spectrometry)によってもできる。

# [0093] [表17]

被覆層	反応ガス組成 (容量%)	圧力 (kPa)	温度 (℃)
A1N *1	A1Cl <sub>3</sub> :1.0~5.0%、NH <sub>3</sub> :0.1~5.0%、N <sub>2</sub> :20~50%、HCl:0.01~1.0%、H <sub>2</sub> :残	4.0~80	750~980
A1CN *1	$A1C1_3$ :1.0~5.0%、 $NH_3$ :0.1~5.0%、 $N_2$ :20~50%、 $CH_4$ :0.5~5.0%、 $HC1$ :0.01~1.0%、 $H_2$ :残	4.0~80	750~980
A10N **1	$A1C1_3$ :1.0~5.0%、 $NH_3$ :0.1~5.0%、 $N_2$ :20~50%、 $CO_2$ :0.2~3.0%、 $HC1$ :0.01~1.0%、 $H_2$ :残	4.0~80	750~980
AlN *2	A1Cl <sub>3</sub> :1.5%、NH <sub>3</sub> :1.0%、N <sub>2</sub> :40%、 H <sub>2</sub> :残	5. 0	1000
A1N **3	A1Cl <sub>3</sub> :1.5%、NH <sub>3</sub> :3.0%、N <sub>2</sub> :40%、HCl:5.0%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	950
Alon *2	A1Cl <sub>3</sub> :1.5%、NH <sub>3</sub> :6.0%、N <sub>2</sub> :40%、CO <sub>2</sub> :1.0%、H <sub>2</sub> :残	6.8	1100
TiN	TiCl <sub>4</sub> :2.0%、N <sub>2</sub> :25%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	950
TiC	TiCl <sub>4</sub> :2.0%、CN <sub>4</sub> :5%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	1050
粒状組織 TiCN	TiCl <sub>4</sub> :4.0%、CH <sub>4</sub> :4.0%、N <sub>2</sub> :20%、H <sub>2</sub> :残	14	1020
柱状組織 TiCN	TiCl <sub>4</sub> :3.0%、CH <sub>3</sub> CN:0.6%、N <sub>2</sub> :20%、H <sub>2</sub> :残	4.0~80	800~950
ZrCN	ZrCl <sub>4</sub> :1.0%、CH <sub>3</sub> CN:0.6%、N <sub>2</sub> :35%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	890
TiZrCN	TiCl <sub>4</sub> :1.5%、ZrCl <sub>4</sub> :1.0%、CH <sub>3</sub> CN:1.0%、   N <sub>2</sub> :45%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	975
TiCNO	TiCl <sub>4</sub> :2.0%、CO <sub>2</sub> :2.5%、N <sub>2</sub> :8%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	975
TiBN	TiCl <sub>4</sub> :2.0%、BCl <sub>3</sub> :5.0%、N <sub>2</sub> :5.0%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	950
HfCN	HfCl <sub>4</sub> :1.0%、CH <sub>3</sub> CN:1.2%、N <sub>2</sub> :40%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1025
$\alpha$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A1C1 <sub>3</sub> :2.0%、H <sub>2</sub> S:0.3%、CO <sub>2</sub> :5.0%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1050
$\kappa$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A1C1 <sub>3</sub> :2.0%、CO <sub>2</sub> :5.0%、CO:0.5%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1000
$Zr0_2$	ZrCl <sub>4</sub> :2.0%、CO <sub>2</sub> :7.0%、H <sub>2</sub> :残	6. 7	1050
$A1_2O_3$ - $ZrO_2$	A1Cl <sub>3</sub> :1.5%、ZrCl <sub>4</sub> :0.3%、CO <sub>2</sub> :9.0%、H <sub>2</sub> :残	13. 3	1070

※1: 塩素含有量が 0 超 0.5 原子%以下のもの

※2: 塩素を含まないもの

※3: 塩素含有量が 0.5 原子%超のもの

試料 No.	最外層	塩素含有量 原子%
8-1	A1N <sup>*1</sup>	0.03
8-2	A1N *1	0. 18
8-3	AlN *1	0.48
8-4	A1N **2	0
8-5	AlN <sup>*3</sup>	0. 98

[0095] 表18に示す最外層を有する表面被覆エンドミルを用いて、表19に示す切削条件にて切削性能を調べてみた。切削条件Iでは、一定加工長(150m)での摩耗量を測定した。本試験では、外周刃における逃げ面摩耗量(μm)を測定した。切削条件IIでは、一定の穴加工(φ10mm)を行い、穴加工時に加わったトルク値を測定すると共に、穴加工後に一定の溝加工(50mm)に移行した際の状況を調べてみた。試験の結果を表20に示す。

# [0096] [表19]

切削条件 I	切削条件 II
側面加工	10mm 穴加工後、50mm 溝加工
被削材:S50C	被削材:SKD11
速 度:V=300m/min	速 度:V=80m/min
1刃当たり送り:ft=0.1mm	送 り:穴加工 0.07mm/rev.,
軸方向切込み: Ad=8mm 半径方向切込み: Rd=0.5mm	溝加工 0.15mm/t (1刃当たり)
切削油:なし 加工距離:150m	切削油:なし

# 「0097] 「表20]

試料 No.	切削条件 I 逃げ面摩耗量 (外周刃 μm)	切削条件 II 最大トルク値 (N・cm)
8-1	42	680
8-2	21	430
8-3	35	510
8-4	85	1110 (溝加工にて折損)
8-5	121 (チッピング発生)	1050 (溝加工にて折損)

[0098] その結果、表20に示すように最外層として、0超0.5原子%以下の塩素を含む窒化 アルミニウム膜を具え、内層に特定のTiCN膜を具える試料8-1~8-3は、摩耗量が少

なく、ドライ加工であっても、優れた潤滑性を発揮して、切削抵抗を下げることで耐摩 耗性、耐欠損性を向上していることがわかる。また、これらの試料8-1~8-3は、潤滑 性に優れた被覆層を具えることで、切屑の流出性が良好であり、その結果トルク値の 上昇が抑えられて耐折損性が向上され、問題なく加工することができた。これに対し 、試料8-4、8-5では、トルク値が増大し、溝加工に移る際、折損が生じた。更に、これ らの試料8-1~8-3は、耐溶着性にも優れ、被覆層の剥離などが生じなった。これらの ことから、試料8-1~8-3は、工具寿命の延命化を実現できることがわかる。

# [0099] (試験例2-5)

試験例2-4で用いた超硬合金製エンドミル基材と同様のものを用意し、切削に関与 する部位の表面に熱CVD法を用いて表17に示す成膜条件(ガス組成、圧力、温度) で被覆層を形成した。本試験では、基材側から順に、TiN(0.5)、柱状組織TiCN(4)又 は粒状組織TiCN(4)、TiBN(0.5)、Al<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub>(1)とし、最外層としてAlN<sup>※1</sup>(1.5)(表18 において試料8-3)を形成した(括弧内の数値は膜厚である(単位 μ m))。 膜厚は、成膜 時間により調整した。また、本試験において柱状組織TiCN膜は、表17に示すように 成膜時の圧力と成膜温度とを変化させると共に、TiCN膜の下層に形成したTiN膜の 表面粗さやガス条件を変化させることで、アスペクト比、配向性指数の最大値をとる 面を変化させた。具体的には、反応ガスにCH<sub>3</sub>CNを用い、ガス温度920℃、圧力6kPa とし、反応ガスであるCH CNを徐々に導入することで、TiCN膜のアスペクト比を3以上 とした。また、例えば、TiCN膜の配向性指数の最大値TC(422)とするには、基材の表 面粗さRmax(基準長さ $5\mu$  m)を $0.09\mu$  mに制御すると共に、この基材の外側(基材から 離れる側)にアスペクト比の制御を行いながらTiCN膜を成膜することで得られた。更 に、最外層の刃先稜線部分近傍で被削材と接触する箇所の面粗さが工具断面から 観察する方法によって測定される基準長さ5μmに対してRmaxが0.4μmとなるように 、全ての試料において、最外層を形成後、最外層の表面に研磨処理を施した。表21 にTiCN膜の組織形態、アスペクト比、配向性指数TCが最大値を示す面を示す。

## 「0100] 「表21]

試料	内	内層 TiCN 膜			
No.	組織形態	アスペ゚クト比	TC の 最大値面	逃げ面摩耗量 (外周部 μm)	
9-1	柱状組織	5. 3	311	72	
9-2	柱状組織	6.8	422	64	
9-3	柱状組織	3. 3	220	85	
9-4	柱状組織	2. 4	220	140	
9-5	柱状組織	3. 8	420	182	
9-6	粒状組織	_	311	255(欠け)	

[0101] 表21に示すTiCN膜を内層に有する表面被覆エンドミルを用いて、以下に示す切削 条件にて側面加工を行い、一定加工長(80m)での外周部の逃げ面摩耗量(μm)を測 定した。試験の結果も表21に示す。

# [0102] エンドミル 側面加工

被削材:SKD11

速 度:V=250m/min

1刃当たり送り:ft=0.05mm

軸方向切込み:Ad=8mm

半径方向切込み: Rd=0.15mm

切削油:なし

노·· -- 미터큐쓰 ㅇㅇ

加工距離:80m

[0103] その結果、表21に示すように内層としてTiCN膜を具える場合、柱状組織を有するものは、耐摩耗性により優れることがわかる。特に、内層にアスペクト比3以上、配向性指数TC(311)、TC(220)、TC(422)のいずれかが最大値をとる柱状組織のTiCN膜を具える試料9-1~9-3は、ドライ加工であっても、更に耐摩耗性に優れていることがわかる。このように摩耗量が減少したのは、潤滑性に優れる最外層と内層として特に耐摩耗性に優れる特定のTiCN膜とを具えているためであると考えられる。

## [0104] (試験例2-6)

試験例2-4で用いた超硬合金製エンドミル基材と同様のものを用意し、切削に関与する部位の表面に熱CVD法を用いて表17に示す成膜条件(ガス組成、圧力、温度)で被覆層を形成した。本試験において、柱状組織TiCN膜は、アスペクト比が3以上、

39

配向性指数TC(311)、TC(220)、TC(422)のいずれかが最大値をとるように成膜条件を 制御した。表22に被覆層の組成、膜厚、被覆層全体の膜厚(全膜厚)を示す。なお、 表22において、基材に近い方から順に、第一膜、第二膜…としている。

[0105] [表22]

WO 2005/099945

解	第一膜	ر اسط	第二膜	1m12	第三膜	1m1	第四膜		第五膜	±m₽	第六膜	膜	今膜厚	逃げ面がた
 	膜種	膜厚	膜種	膜厚	膜種	膜厚	膜種	膜厚	膜種	膜厚	膜種	膜厚	n n	摩 括 車 μ п
글	在狀組織 LiCN	3.0	AlN *1	1.0									4.0	52
10-2	柱状組織 TiCN	0.5	ZrCN	7.0	AlN *1	0.5							8.0	31
10-3	TiN	1.0	在状組織 TiCN	4.5	TiC	1.5	TiCNO	1.0	κ A1 <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	3.0	Alcn *1	5.0	16.0	34
10-4	TiN	0.3	柱状組織 TiCN	6.5	TiBN	0.5	κ A1 <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	1.5	TiN	0.3	AIN *1	3.0	12.1	48
5	TiN	0.5	柱状組織 TiCN	14.0	A1,0,-Zr0,	5.0	AIN ¾1	2.0					21.5	56
9-01	在採組織 TiGN	3.0	TiZrCN	5.0	Zr0,	2.3	A1,03-Zr02	2.5	A10N **1	1.7			14.5	44
10-7	柱状組織 TiCN	3.2	TiN	0.5	HECN	4.3	Alch **1	2.5					10.5	51
8401	桂狀組織 LiON	0.5	TiBN	1.3	$\alpha$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.0	AIN *1	0.05					6.85	54
6501	HECN	3.5	α A1,0 <sub>3</sub>	1.5	TiCNO	2.3	桂状組織 LiCN	6.5	TiN	0.7	A1CN *1	0.7	15.2	38
10-10	柱状組織 TiCN	5.0	TiZrCN	10.0	Alcn *1	7.0							22	40
10-11	TiN	0.5	柱状組織 TiCN	4.5	Alcn *1	0.5	AIN <sup>‰1</sup>	0.5					6.0	48
10-12	TiN	0.5	TiCNO	2.0	柱状組織 TiCN	0.9	TiBN	0.5	$\kappa \text{ Al}_2 0_3$	1.5	Alcn *1	0.7	11.2	53
10-13	柱状組織 TiCN	2.0	HECN	2.0	TiN	1.0							5.0	145
10-14	TiN	0.5	柱状組織 TiCN	5.0	TiCNO	0.5	$Zr0_2$	2.0	柱状組織 LiQN	0.1	TiN	2.0	10.1	160
10-15	柱状組織 TiCN	0.5	A10N **1	2.0	$\alpha$ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.0	TiN	1.5					7.0	136
91-01	柱状組織 TiQN	0.07	AIN *1	0.02									0.09	105
10-17	柱状組織 TiQN	0.5	ZrQN	4.0	AIN *1	0.05							4.52	88
10-18	TiN	0.5	柱状組織 TiCN	3.0	TiCNO	9.0	$\alpha \text{ Al}_2 0_3$	3.5	$\mathrm{Al}_2\mathrm{O}_3\mathrm{-ZrO}_2$	5.0	AICN *1	8.0	29.0	102
10-19	柱状組織 LiCN	4.0	TiBN	2.0	Zr0,	2.0	Alcn *1	7.0					15.0	32
10-20	TiN	0.2	柱状組織 TiCN	8.0	ZrCN	4.0	A10N **2	1.3					6.3	148
10-21	柱状組織 TiCN	10.0	A1CN <sup>‰1</sup>	4.0									14.0	94

41

[0106] 表22に示す被覆層を有する表面被覆エンドミルを用いて、以下に示す切削条件にて側面加工を行い、一定加工長(100m)での摩耗量を測定した。本試験では、外周刃における逃げ面摩耗量(μm)を測定した。試験の結果も表22に示す。

[0107] エンドミル 側面加工

被削材:SUS304

速 度:V=144m/min

1刃当たり送り:ft=0.03mm

軸方向切込み:Ad=8mm

半径方向切込み:Rd=0.16mm

切削油:なし

加工距離:100m

- [0108] その結果、表22に示すように特定量の塩素を含有する窒化系アルミニウム膜を最外層とし、アスペクト比3以上、配向性指数TC(311)、TC(220)、TC(422)のいずれかが最大値をとる柱状組織のTiCN膜を内層に具える試料10-1~10-12、10-16~10-19、10-21は、その他の試料と比較して、潤滑性に優れると共に、優れた耐摩耗性を有することがわかる。
- [0109] また、表22に示す結果から、最外層は、 $0.03\,\mu$  m以上、全体膜厚は $0.1\,\mu$  m以上24  $\mu$  m以下が好ましいことがわかる。更に、最外層は、内層の合計厚みの1/2以下が好ましいことがわかる。
- [0110] 上記試料10-1~10-21の全てのエンドミルを切断し、最外層において、外周刃の刃 先稜線部近傍で被削材と接触する箇所の面粗さを基準長さ5μmで測定した結果、 試料10-21を除くすべてのエンドミルがRmaxで1.3μm以下となっていたが、試料 10-21はRmaxで1.6μmであった。そこで、試料10-21の最外層において外周刃の刃 先稜線部近傍で被削材と接触する箇所を#1500のダイヤモンドペーストで研磨して、同様の方法で研磨後の面粗さを測定したところ、Rmaxで0.61μmとなっていた。この研磨したエンドミルを用いて同じ切削条件で側面加工を行った結果、逃げ面摩耗 量は48μmとなった。これは、刃先稜線部近傍において被削材と接触する箇所の凹 凸が減り、切削抵抗が下がったためであると考えられる。

## [0111] (試験例2-6')

上記試料10-1~10-21と同様の表面被覆エンドミルを作製し、以下の切削条件で切削試験を行い、所定切削長(50m)における外周刃のクレータ摩耗量(幅)を測定した。クレータ摩耗幅の測定は、試料7-1~7-23の表面被覆エンドミルを用いた切削試験(試験例2-2')と同様にして行った。

被削材:S50C

速 度:V=120m/min

送 り:f=0.05mm/t

切込み:Ad=10mm Rd=0.6mm

切削油:なし(エアブロー)

その結果、試料10-1~10-12、10-16~10-19、10-21は、その他の試料と比較して クレータ摩耗量が少なかった。例えば、試験例2-2'の試料7-14の摩耗幅を1とすると 、試料10-3,10-6はそれぞれ、0.39、0.42であった。

## [0112] (試験例2-7)

基材を下記に代えて、表22の試料10-2、10-13と同様の組成の被覆層を公知のPVD法にて形成し、表面被覆エンドミルを作製した。試料10-2と同様の組成の被覆層を具えるエンドミルにおいては、被覆層を形成した後、イオン注入法を用いて塩素を最外層に含有させた表面被覆エンドミルを作製し、試験例2-6と同様の切削条件で側面加工を実施した。いずれも被覆層は、切削に関与する部位に形成した。また、試料10-2の被覆層を形成した試料にはいずれも、最外層の塩素の含有量を0.2原子%とした。

- 1 JIS Z20種相当の超硬合金製のロウ付けエンドミル基材(刃部が超硬合金製)
- 2 JIS規格:P20サーメット製 o 10mm; 2枚 刃スクエア型エンドミル基材
- 3 立方晶型窒化硼素製(住友電工ハードメタル(株)製 BN300)のロウ付けボールミル 基材(刃部が立方晶型窒化硼素製)

その結果、試料10-2の被覆層を形成した表面被覆エンドミルはいずれも、潤滑性に優れると共に、耐摩耗性に優れ、従来品である試料10-13の被覆層を具えるエンドミルと比較して、2倍以上の工具寿命が得られたことが確認できた。

# 実施例3

[0113] 以下、ドリルを例にとって具体的に説明する。

## (試験例3-1)

JIS K10種相当の超硬合金製φ8mm;ソリッドドリル基材を準備し、この基材のうち、 切削に関与する部位(ボディ)の表面に化学的蒸着法である熱CVD法を用いて表12 に示す成膜条件により被覆層を形成した。本試験では、基材側から順に、内層として 、TiN(0.5)、TiCN(4)、TiBN(0.5)、 $\kappa$   $-Al_{_{9}}O_{_{9}}(1)$ を形成し、最外層としてAIN(1.5)を形成 した(括弧内の数値は膜厚である(単位 μ m))。 膜厚は、成膜時間により調整した。 そし て、最外層を形成するAIN膜は、表12に示すように成膜条件を変化させることで、塩 素含有量が異なる試料を作製した。表23に最外層の塩素含有量を示す。具体的に は、最外層中に0超0.5原子%以下の塩素を含有するもの、同0.5原子%超の塩素を 含有するもの、同塩素を含有しないものを作製した。塩素の含有量は、表12に示すよ うに反応ガスのうち塩化水素(HCl)の比率を変化させることで変化させた。また、塩化 水素の量により、適宜成膜時の圧力、成膜温度を変化させた。更に、最外層中に0超 0.5原子%以下の塩素を含有する試料において、最外層の刃先稜線部分近傍で被 削材と接触する箇所の面粗さを調べたところ、いずれも工具断面から観察する方法 によって測定される基準長さ5 $\mu$  mに対してRmaxが1.3 $\mu$  m以下であった。具体的には 、例えば、試料11-2では0.6μmであった。塩素の含有量は、XPS(X-ray Photoelectron Spectroscopy)にて測定した。また、試料ごとに各膜のヌープ硬度を調 べたところ、最外層であるAIN膜はいずれも、内層のTiCN膜よりも低かった。

## 「0114] 「表23]

試料 No.	最外層	塩素含有量 原子%
11-1	AlN <sup>*1</sup>	0.03
11-2	AlN <sup>*1</sup>	0.18
11-3	A1N *1	0.48
11-4	AlN <sup>*2</sup>	0
11-5	A1N <sup>**3</sup>	0. 98

[0115] 表23に示す最外層を有する表面被覆ドリルを用いて、表24に示す切削条件にて切削性能を調べてみた。切削条件3では、工具折損までの加工穴数を調べた。切削条

件4では、穴の真円度を調べた。試験の結果を表25に示す。

# [0116] [表24]

切削条件3	切削条件 4
ドリル穴あけ加工(貫通穴)	「ドリル穴あけ加工(止まり穴)」
被削材: SCM440 速 度: V=70m/min 送 り:f=0.3mm/rev.	被削材:NAK80
速 度:V=70m/min	速 度:V=70m/min
送り:f=0.3mm/rev.	送り:f=0.25mm/rev.
	穴深さ:40mm(L/D=5)
切削油:なし(外部エアブロー)	切削油:水溶性

### 「0117] 「表25]

試料 No.	切削条件3 折損までの 穴あけ個数	切削条件4 穴入り口の 真円度(μm)
11-1	500 以上 (折損せず)	3. 5
11-2	500 以上 (折損せず)	2. 1
11-3	500 以上 (折損せず)	2. 8
11-4	285	13.8
11-5	182	15. 9

[0118] その結果、表25に示すように最外層として、0超0.5原子%以下の塩素を含む窒化アルミニウム膜を具え、特定組成の膜を内層に具える試料11-1~11-3は、切屑の流出性に優れると共に、切れ刃の損傷が小さく切れ味が長期に亘り維持されるため、折損に至るまでの加工数が大幅に延長されていた。このことから、工具寿命が延長されていることがわかる。また、これらの試料11-1~11-3は、加工穴の真円度も高く、高精度な加工が可能であることがわかる。更に、これらの試料11-1~11-3は、耐溶着性にも優れ、被覆層の剥離などが生じなった。

# [0119] (試験例3-2)

試験例3-1で用いた超硬合金製ドリル基材と同様のものを用意し、切削に関与する 部位の表面に熱CVD法を用いて表12に示す成膜条件(ガス組成、圧力、温度)で表 16に示す被覆層と同様に形成した。

[0120] 表16に示す被覆層を有する表面被覆ドリルを用いて、以下に示す切削条件にて穴 あけ加工を行い、工具寿命となるまでの加工穴数を測定した。工具寿命は、先端部

45

の切刃の逃げ面摩耗量が0.3 μ mにとなったとき、又は折損などによりそれ以上加工ができなくなったときとした。試験の結果を表26に示す。

[0121] ドリル 穴あけ加工(止まり穴)

被削材:S50C

速 度:V=100m/min

送 り:f=0.2mm/rev.

穴深さ:24mm(L/D=3)

切削油:エアブロー

[0122] [表26]

試料 No.	膜構造	寿命までの 加工穴数	試料 No.	膜構造	寿命までの 加工穴数
12-1	7-1	3500	12-13	7-13	600
12-2	7-2	4500	12-14	7-14	790
12-3	7–3	5500	12-15	7-15	800
12-4	7-4	4000	12-16	7-16	1260
12-5	7–5	5000	12-17	7-17	1120
12-6	7–6	4000	12-18	7-18	1310
12-7	7-7	3500	12-19	7-19	1500
12-8	7-8	4000	12-20	7-20	800
12-9	7–9	4500	12-21	7-21	520
12-10	7-10	5500	12-22	7-22	1190
12-11	7-11	3500	12-23	7-23	1500
12-12	7-12	3500			

- [0123] その結果、表26に示すように特定量の塩素を含有する窒化系アルミニウム膜を最外層とし、特定組成の膜からなる内層を具える試料12-1~12-12、12-16~12-19、12-22、12-23は、その他の試料と比較して、潤滑性に優れると共に、優れた耐摩耗性を有することがわかる。
- [0124] また、表26に示す結果から、最外層は、 $0.03\,\mu$  m以上、全体膜厚は $0.1\,\mu$  m以上24  $\mu$  m以下が好ましいことがわかる。更に、最外層は、内層の合計厚みの1/2以下が好ましいことがわかる。
- [0125] 上記試料12-1~12-23の全てのドリルを切断し、最外層において、外周刃の刃先 稜線部近傍で被削材と接触する箇所の面粗さを基準長さ5μmで測定した結果、試 料12-22を除くすべてのドリルがRmaxで1.3μm以下となっていたが、試料12-22は

Rmaxで1.9  $\mu$  mであった。そこで、試料12-22について、試料7-22と同様に、最外層において外周刃の刃先稜線部近傍で被削材と接触する箇所を#1500のダイヤモンドペーストで研磨して、上記と同様の方法で研磨後の面粗さを測定したところ、Rmaxで0.45  $\mu$  mとなっていた。この研磨したドリルを用いて同じ切削条件で穴あけ加工を行った結果、加工数は4500となった。これは、刃先稜線部近傍において被削材と接触する箇所の凹凸が減り、切削抵抗が下がったためであると考えられる。また、試料12-1において同様に面粗さを測定したところ、Rmaxで0.78  $\mu$  mであったが、上記と同様の方法で刃先を研磨し、再度穴あけ加工を行うと、加工数は5000となり、大幅に改善された。

[0126] 更に、試料12-23は、最外層の膜硬度が内層の膜硬度よりも高くなるように被覆層を形成した。そして、上記試料12-1~12-20,12-22,12-23において、被覆層を構成する各膜の硬度を測定したところ、試料12-23を除く全てのドリルで最外層の膜硬度が内層の少なくとも1膜よりも低くかったが、試料12-23は、最外層の膜硬度が内層の膜硬度よりも高かった。このため、試料12-23は、試料12-1~12-12と比較して切削性能が低下したと考えられる。

#### [0127] (試験例3-2')

上記試料12-1~12-23と同様の表面被覆ドリルを作製し、以下の切削条件で切削 試験を行い、所定穴数(500穴)におけるクレータ摩耗量(幅)を測定した。測定対象は 、切刃中央付近におけるクレータ摩耗の幅とし、測定は、試験例2-2'と同様にして行った。そして、評価は、この測定値をもとに試料間の相対比較にて行った。

被削材:S50C(止まり穴)

速 度:V=70m/min

送 0:f=0.25mm/rev.

穴深さ:40mm(L/D=5)

切削油:ミスト(水溶性切削液)

その結果、試料12-1~12-12、12-16~12-19、12-22、12-23は、その他の試料と比較してクレータ摩耗量が少なかった。例えば、試料12-14の摩耗幅を1とすると、試料12-3,12-9はそれぞれ、0.32、0.38であった。

## [0128] (試験例3-2")

上記試験では、ドライ加工にて行ったが、試料12-1~12-23と同様のドリルを用意し、切削条件のうち、穴深さを40mm(L/D=5)、切削油:エアブローをウェット加工、ミスト加工に変更して穴あけ加工を行い、上記と同様に加工穴数を測定してみた。その結果、特定量の塩素を含有する窒化系アルミニウム膜を最外層とし、特定組成の膜からなる内層を具える試料は、潤滑性及び耐摩耗性に優れ、長寿命であった。

# [0129] (試験例3-3)

基材を下記に代えて、表16の試料7-2、7-13と同様の組成の被覆層を公知のPVD 法にて形成し、表面被覆ドリルを作製した。試料7-2と同様の組成の被覆層を具える ドリルにおいては、被覆層を形成した後、イオン注入法を用いて塩素を最外層に含 有させた表面被覆ドリルを作製し、試験例3-2と同様の切削条件(ドライ加工)で穴あ け加工(止まり穴)を実施した。いずれも被覆層は、切削に関与する部位に形成した。 また、試料7-2の被覆層を形成した試料には、最外層の塩素の含有量を0.2原子%と した。

# 1 高速度工具鋼製ドリル基材(ソリッドタイプ)

その結果、試料7-2の被覆層を具える表面被覆ドリルは、潤滑性に優れると共に、 耐摩耗性に優れ、従来品である試料7-13の被覆層を具えるドリルと比較して、3倍以 上の工具寿命が得られたことが確認できた。

# [0130] (試験例3-4)

JIS K10種相当の超硬合金製 $\phi$ 8mm;ソリッドドリル基材を準備し、この基材のうち、切削に関与する部位(ボディ)の表面に化学的蒸着法である熱CVD法を用いて表17に示す成膜条件により被覆層を形成した。本試験では、基材側から順に、内層として、TiN(0.5)、柱状組織TiCN(4)、TiBN(0.5)、 $\kappa$  -Al O (1)を形成し、最外層としてAlN(1.5)を形成した(括弧内の数値は膜厚である(単位 $\mu$ m))。膜厚は、成膜時間により調整した。また、本試験においてTiCN膜は、アスペクト比が4.2の柱状組織を有し、配向性指数TCのうち(311)面が最大値となるように成膜させた。具体的には、反応ガスにCH CNを用い、温度:900℃、圧力:8kPaとすると共に、TiCN膜の下層に形成したTiN膜の表面粗さRmax(基準長さ5 $\mu$ m)が0.1 $\mu$ m程度となるようにTiN膜の成膜条

件(ガス組成、圧力、温度)を定めた。そして、最外層を形成するAIN膜は、表17に示すように成膜条件を変化させることで、塩素含有量が異なる試料を作製した。表27に最外層の塩素含有量を示す。具体的には、最外層中に0超0.5原子%以下の塩素を含有するもの、同0.5原子%超の塩素を含有するもの、同塩素を含有しないものを作製した。塩素の含有量は、表17に示すように反応ガスのうち塩化水素(HCI)の比率を変化させることで変化させた。また、塩化水素の量により、適宜成膜時の圧力、成膜温度を変化させた。更に、最外層中に0超0.5原子%以下の塩素を含有する試料において、最外層の刃先稜線部分近傍で被削材と接触する箇所の面粗さを調べたところ、いずれも工具断面から観察する方法によって測定される基準長さ5 $\mu$ mに対してRmaxが1.3 $\mu$ m以下であった。具体的には、例えば、試料13-2では0.6 $\mu$ mであった。塩素の含有量は、XPS(X-ray Photoelectron Spectroscopy)にて測定した。

# [0131] 「表27]

試料 No.	最外層	塩素含有量 原子%
13-1	AlN <sup>*1</sup>	0.03
13-2	AlN <sup>፠1</sup>	0. 18
13-3	AlN <sup>*1</sup>	0.48
13-4	AlN <sup>*2</sup>	0
13-5	A1N *3	0. 98

[0132] 表27に示す最外層を有する表面被覆ドリルを用いて、表28に示す切削条件にて切削性能を調べてみた。切削条件IIIでは、工具折損までの加工穴数を調べた。切削条件IVでは、穴の真円度を調べた。試験の結果を表29に示す。

# [0133] [表28]

切削条件 III	切削条件 IV
ドリル穴あけ加工(貫通穴)   被削材:SCM440	ドリル穴あけ加工(止まり穴)   被削材:NAK80
被削材: SCM440 速 度: V=70m/min 送 り: f=0.3 mm/rev.	速 度:V=70m/min 送 り:f=0.25mm/rev.
穴深さ:40mm(L/D=5)	穴深さ:40mm(L/D=5)
切削油:なし(外部エアブロー)	切削油:水溶性

試料 No.	切削条件 III 折損までの 穴あけ個数	切削条件 IV 穴入り口の 真円度(μm)
13-1	500 以上 (折損せず)	3.8
13-2	500 以上 (折損せず)	1.9
13-3	500 以上 (折損せず)	3. 1
13-4	312	15. 3
13-5	250	12. 1

[0135] その結果、表29に示すように最外層として、0超0.5原子%以下の塩素を含む窒化 アルミニウム膜を具え、内層に特定のTiCN膜を具える試料13-1~13-3は、切屑の流 出性に優れると共に、切れ刃の損傷が小さく切れ味が長期に亘り維持されるため、折 損に至るまでの加工数が大幅に延長されていた。このことから、工具寿命が延長されていることがわかる。また、これらの試料13-1~13-3は、加工穴の真円度も高く、高精度な加工が可能であることがわかる。更に、これらの試料13-1~13-3は、耐溶着性にも優れ、被覆層の剥離などが生じなかった。

## [0136] (試験例3-5)

試験例3-4で用いた超硬合金製ドリル基材と同様のものを用意し、切削に関与する部位の表面に熱CVD法を用いて表17に示す成膜条件(ガス組成、圧力、温度)で被覆層を形成した。本試験では、基材側から順に、TiN(0.5)、柱状組織TiCN(4)又は粒状組織TiCN(4)、TiBN(0.5)、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>(1)とし、最外層としてAlN<sup>\*1</sup>(1.5)(表18において試料8-3と同様)を形成した(括弧内の数値は膜厚である(単位μm))。膜厚は、成膜時間により調整した。また、本試験において柱状組織TiCN膜は、表17に示すように成膜時の圧力と成膜温度とを変化させると共に、TiCN膜の下層に形成したTiN膜の表面粗さやガス条件を変化させることで、アスペクト比、配向性指数の最大値をとる面を変化させた。具体的には、反応ガスにCH CNを用い、ガス温度920℃、圧力6kPaとし、反応ガスであるCH<sub>3</sub>CNを徐々に導入することで、TiCN膜のアスペクト比を3以上とした。また、例えば、TiCN膜の配向性指数の最大値TC(422)とするには、基材の表面粗さRmax(基準長さ)を0.09μmに制御すると共に、この基材の外側(基材から離れる側)にアスペクト比の制御を行いながらTiCN膜を成膜することで得られた。更に、最

外層の刃先稜線部分近傍で被削材と接触する箇所の面粗さが工具断面から観察する方法によって測定される基準長さ5  $\mu$  mに対してRmaxが0.4  $\mu$  mとなるように、全ての試料において、最外層を形成後、最外層の表面に研磨処理を施した。表30にTiCN膜の組織形態、アスペクト比、配向性指数TCが最大値を示す面を示す。

## [0137] [表30]

試料	内層 TiCN 膜			寿命までの
No.	組織形態	アスへ。クト比	TC の 最大値面	加工穴数
14-1	柱状組織	5. 1	311	800
14-2	柱状組織	7. 0	422	920
14-3	柱状組織	3. 2	220	900
14-4	柱状組織	2. 1	220	250
14-5	柱状組織	4. 0	420	210
14-6	粒状組織	_	311	330

[0138] 表30に示すTiCN膜を内層に有する表面被覆ドリルを用いて、以下に示す切削条件にて穴あけ加工を行い、工具寿命となるまでの加工穴数を測定した。工具寿命は、先端部の切刃の逃げ面摩耗量が0.3  $\mu$  mになったとき、又は折損などによりそれ以上加工ができなくなったときとした。試験の結果も表30に示す。

[0139] ドリル 穴あけ加工(貫通穴)

被削材:被削材:S50C

速度:V=80m/min

送 り:f=0.2mm/rev.

穴深さ:40mm(L/D=5)

切削油:ミスト(水溶性切削液)

[0140] その結果、表30に示すように内層としてTiCN膜を具える場合、柱状組織を有するものは、耐摩耗性により優れることがわかる。特に、内層にアスペクト比3以上、配向性指数TC(311)、TC(220)、TC(422)のいずれかが最大値をとる柱状組織のTiCN膜を具える試料14-1~14-3は、耐摩耗性、耐折損性に優れており、工具寿命が長くなっていることがわかる。このように工具寿命が長くなったのは、潤滑性に優れる最外層と内層として特に耐摩耗性に優れる特定のTiCN膜とを具えているためであると考えられる

## [0141] (試験例3-6)

試験例3-4で用いた超硬合金製ドリル基材と同様のものを用意し、切削に関与する部位の表面に熱CVD法を用いて表17に示す成膜条件(ガス組成、圧力、温度)で表22に示す被覆層と同様に形成した。本試験も試験例2-6と同様に、柱状組織TiCN膜は、アスペクト比が3以上、配向性指数TC(311)、TC(220)、TC(422)のいずれかが最大値をとるように成膜条件を制御した。

[0142] 表22に示す被覆層を有する表面被覆ドリルを用いて、以下に示す切削条件にて穴あけ加工を行い、工具寿命となるまでの加工穴数を測定した。工具寿命は、先端部の切刃の逃げ面摩耗量が0.3 μ mになったとき、又は折損などによりそれ以上加工ができなくなったときとした。試験の結果を表31に示す。

[0143] ドリル 穴あけ加工(止まり穴)

被削材:S50C

速 度:V=120m/min

送り:f=0.2mm/rev.

穴深さ:24mm(L/D=3)

切削油:エアブロー

# [0144] [表31]

試料   No.	膜構造	寿命までの 加工穴数	試料 No.	膜構造	寿命までの 加工穴数
15–1	_ 10-1	4000	15–13	10-13	820
15-2	10-2	4500	15-14	10-14	600
15-3	10-3	5000	15-15	10-15	800
15-4	10-4	4500	15-16	10-16	1050
15-5	10-5	5500	15-17	10-17	1420
15-6	10–6	4500	15-18	10-18	1330
15-7	10-7	3500	15-19	10-19	1200
15–8	10-8	4000	15-20	10-20	510
15-9	10-9	4000	15-21	10-21	1010
15-10	10-10	5500			
15-11	10-11	4000			
15-12	10-12	4500			

[0145] その結果、表31に示すように特定量の塩素を含有する窒化系アルミニウム膜を最外層とし、アスペクト比3以上、配向性指数TC(311)、TC(220)、TC(422)のいずれかが

52

最大値をとる柱状組織のTiCN膜を内層に具える試料15-1~15-12、15-16~15-19、15-21は、従来品に該当する試料15-13~15-15、15-20と比較して潤滑性に優れると共に、優れた耐摩耗性を有することがわかる。

- [0146] また、表31に示す結果から、最外層は、 $0.03\,\mu$  m以上、全体膜厚は $0.1\,\mu$  m以上24  $\mu$  m以下が好ましいことがわかる。更に、最外層は、内層の合計厚みの1/2以下が好ましいことがわかる。
- [0147] 上記試料15-1~15-21の全てのドリルを切断し、最外層において、外周刃の刃先 稜線部近傍で被削材と接触する箇所の面粗さを基準長さ5μmで測定した結果、試料15-21を除くすべてのドリルがRmaxで1.3μm以下となっていたが、試料15-21は Rmaxで2.0μmであった。そこで、試料15-21について、試料10-21と同様に、最外層 において外周刃の刃先稜線部近傍で被削材と接触する箇所を#1500のダイヤモンドペーストで研磨して、上記と同様の方法で研磨後の面粗さを測定したところ、Rmaxで0.52μmとなっていた。この研磨したドリルを用いて同じ切削条件で穴あけ加工を行った結果、加工数は4000となった。これは、刃先稜線部近傍において被削材と接触する箇所の凹凸が減り、切削抵抗が下がったためであると考えられる。

#### [0148] (試験例3-6')

上記試料15-1~15-21と同様の表面被覆ドリルを作製し、以下の切削条件で切削 試験を行い、所定穴数(500穴)における切刃中央付近でのクレータ摩耗量(幅)を測定 した。クレータ摩耗幅の測定は、試料12-1~12-23の表面被覆ドリルを用いた切削試 験(試験例3-2')と同様にして行った。

被削材:S50C(止まり穴)

速 度:V=100m/min

送 9:f=0.25mm/rev.

穴深さ:40mm(L/D=5)

切削油:ミスト(水溶性切削液)

その結果、試料15-1~15-12、15-16~15-19、15-21は、その他の試料と比較して クレータ摩耗量が少なかった。例えば、試験例3-2'の試料12-14の摩耗幅を1とすると 、試料15-3,15-9はそれぞれ、0.29、0.35であった。

# [0149] (試験例3-6")

上記試験では、ドライ加工にて行ったが、試料15-1~15-21と同様のドリルを用意し、切削条件のうち、穴深さを40mm(L/D=5)、切削油:エアブローをウェット加工、ミスト加工に変えて穴あけ加工を行い、上記と同様に加工穴数を測定してみた。その結果、特定量の塩素を含有する窒化系アルミニウム膜を最外層とし、アスペクト比3以上、配向性指数TC(311)、TC(220)、TC(422)のいずれかが最大値をとる柱状組織のTiCN膜を内層に具える試料は、潤滑性及び耐摩耗性に優れ、長寿命であった。

# [0150] (試験例3-7)

基材を下記に変えて、表22の試料10-2、10-13と同様の組成の被覆層を公知のPVD法にて形成し、表面被覆ドリルを作製した。試料10-2と同様の組成の被覆層を具えるドリルにおいては、被覆層を形成した後、イオン注入法を用いて塩素を最外層に含有させた表面被覆ドリルを作製し、試験例3-6と同様の切削条件(ドライ加工)で穴あけ加工(止まり穴)を実施した。いずれも被覆層は、切削に関与する部位に形成した。また、試料10-2の被覆層を形成した試料には、最外層の塩素の含有量を0.2原子%とした。

#### 1 高速度工具鋼製ドリル基材(ソリッドタイプ)

その結果、試料10-2の被覆層を具える表面被覆ドリルは、潤滑性に優れると共に、耐摩耗性に優れ、従来品である試料10-13の被覆層を具えるドリルと比較して、3倍以上の工具寿命が得られたことが確認できた。

#### 産業上の利用可能性

[0151] 本発明表面被覆切削工具は、切削油を使用しないドライ加工やミスト加工、断続切削などといった刃先が高温になる加工、深穴あけ加工や高溶着被削材の加工といった加工条件が厳しい切削に適する。また、本発明表面被覆切削工具は、溶着が生じ易い条件などで鋼材などの切削に適する。

## 図面の簡単な説明

[0152] [図1](A)は、エンドミルの概略を示す正面図、(B)はドリルの概略を示す正面図である

符号の説明

54

[0153] 1 底刃 2 外周刃 3,7 溝部 4,8 ボディ 5,9 シャンク 6 先端部

# 請求の範囲

[1] 基材表面に被覆層を具える表面被覆切削工具において、

前記被覆層は、基材上に形成される内層と、この内層上に形成される最外層からなり、

前記内層は、

周期律表IVa、Va、VIa族金属、AI、Si、Bから選ばれる1種以上の第一元素と、B、C、N、Oから選ばれる1種以上の第二元素とからなる化合物からなり、

前記最外層は、

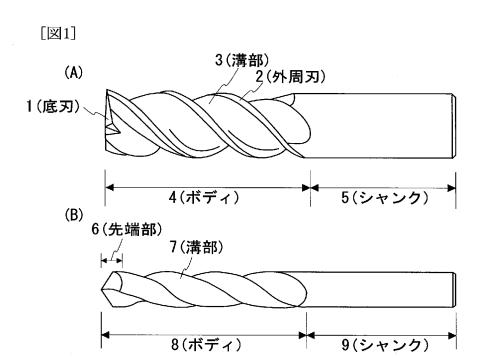
窒化アルミニウム又は炭窒化アルミニウムからなり、最外層中に塩素を0超0.5原子%以下含有することを特徴とする表面被覆切削工具。

但し、内層において、Bのみからなる膜は除く。

- [2] 最外層は、更に酸素を含有することを特徴とする請求の範囲第1項に記載の表面被覆切削工具。
- [3] 内層には、Tiを含む化合物からなる膜を具えることを特徴とする請求の範囲第1項 に記載の被覆切削工具。
- [4] 内層には、柱状組織を有するTiCNからなる膜を具えることを特徴とする請求の範囲 第3項に記載の被覆切削工具。
- [5] TiCNからなる膜は、アスペクト比3以上の柱状組織を有し、結晶の(220)面、(311)面 (422)面の各配向性指数TC(220)、TC(311)、TC(422)のいずれかが配向性指数の 最大値をとることを特徴とする請求の範囲第4項に記載の被覆切削工具。
- [6] 最外層の膜厚は、内層の合計膜厚の1/2以下であることを特徴とする請求の範囲 第1項記載の表面被覆切削工具。
- [7] 最外層の膜硬度は、内層を構成する少なくとも一つの膜の硬度よりも低いことを特徴とする請求の範囲第1項に記載の表面被覆切削工具。
- [8] 最外層において、刃先稜線部分近傍で被削材と接触する箇所の面粗さが、切削工 具断面から観察する方法で測定を行った際、基準長さ5  $\mu$  mに対してRmaxが1.3  $\mu$  m 以下であることを特徴とする請求の範囲第1項に記載の表面被覆切削工具。
- [9] 基材は、WC基超硬合金、サーメット、高速度鋼、セラミックス、立方晶型窒化硼素

焼結体、及び窒化ケイ素焼結体のいずれかから構成されることを特徴とする請求の 範囲第1項に記載の表面被覆切削工具。

- [10] 表面被覆切削工具は、スローアウェイチップ、ドリル、エンドミルのいずれかであることを特徴とする請求の範囲第1項~第9項のいずれかに記載の表面被覆切削工具。
- [11] 表面被覆切削工具は、スローアウェイチップであり、 最外層の膜厚は、0.03 μ m以上10 μ m以下、被覆層全体の膜厚は、0.1 μ m以上30 μ m以下であることを特徴とする請求の範囲第1項~第9項のいずれかに記載の表面 被覆切削工具。
- [12] 表面被覆切削工具は、ドリル又はエンドミルであり、 最外層の膜厚は、0.03 μ m以上8 μ m以下、被覆層全体の膜厚は、0.1 μ m以上24 μ m以下であることを特徴とする請求の範囲第1項~第9項のいずれかに記載の表面 被覆切削工具。



#### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/007180

Α.	CLASSIFICA	ATION OF SUBJECT	T MATTER	
	Int $\mathrm{Cl}^{7}$	B23B27/14	B23C5/16.	B23B51/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

#### B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> B23B27/14, B23C5/16, B23B51/00, C23C14/00-14/58, C23C16/00-16/56

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2005

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2005 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

#### C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
х	JP 2002-273607 A (Hitachi Tool Engineering Ltd.), 25 September, 2002 (25.09.02), Claims; Par. Nos. [0011], [0015], [0019], [0024] (Family: none)	1-12
A	JP 8-187604 A (Mitsubishi Materials Corp.), 23 July, 1996 (23.07.96), Claims; Par. Nos. [0014], [0015] (Family: none)	2
A	JP 5-43323 A (Toshiba Tungaloy Co., Ltd.), 23 February, 1993 (23.02.93), Claims; Par. No. [0031] (Family: none)	2

	Further documents are listed in the continuation of Box C.		See patent family annex.
* "A"	Special categories of cited documents: document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"T"	later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"E" "L"	earlier application or patent but published on or after the international filing date document which may throw doubts on priority claim(s) or which is	"X"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"O" "P"	cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"Y"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art document member of the same patent family
	of the actual completion of the international search 12 July, 2005 (12.07.05)	Date	e of mailing of the international search report 02 August, 2005 (02.08.05)
	e and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Aut	horized officer
Facsi	mile No.	Tele	ephone No.

Facsimile No.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2005/007180

C (Continuation	). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A A	JP 7-100701 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.),   18 April, 1995 (18.04.95),   Par. No. [0003] & US 5915162 A & EP 0653499 A1 & WO 94/028191 A1	1-12
A	JP 2001-341008 A (Hitachi Tool Engineering Ltd.), 11 December, 2001 (11.12.01), Claims (Family: none)	1-12

発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC)) Int.Cl.<sup>7</sup> B23B27/14, B23C5/16, B23B51/00

### B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int,Cl.<sup>7</sup> B23B27/14, B23C5/16, B23B51/00, C23C14/00-14/58, C23C16/00-16/56

#### 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1922-1996年

日本国公開実用新案公報

1971-2005年

日本国実用新案登録公報

1996-2005年

日本国登録実用新案公報

. 1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

範囲, 段落【0031】 (ファミリーなし)

C. 関連する	oと認められる文献	
引用文献の カテゴリー <b>*</b>	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP 2002-273607 A (日立ツール株式会社) 2002.09.25, 特許請求の 範囲, 段落【0011】, 段落【0015】, 段落【0019】, 段落【0024】 (ファミリーなし)	1–12
A	JP 8-187604 A (三菱マテリアル株式会社) 1996.07.23, 特許請求の 範囲, 段落【0014】, 段落【0015】 (ファミリーなし)	2
A	   JP 5-43323 A(東芝タンガロイ株式会社)1993.02.23, 特許請求の	2

### ▼ C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって ずの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用す る文献(理由を付す)
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願目前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

- 出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論 の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査報告の発送日 国際調査を完了した日 02. 8. 2005 12.07.2005 3 C 3215 特許庁審査官(権限のある職員) 国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 田村 嘉章 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号 電話番号 03-3581-1101 内線 3324

C(続き).		
引用文献の カテゴリー <b>*</b>		関連する 請求の範囲の番号
A	JP 7-100701 A(住友電気工業株式会社)1995.04.18,段落【0003】 & US 5915162 A & EP 0653499 A1 & WO 94/028191 A1	1–12
A	JP 2001-341008 A (日立ツール株式会社) 2001.12.11, 特許請求の 範囲(ファミリーなし)	1–12
,		
		• .